



Projet National de recherche et développement

RAPPORT DE RECHERCHE

Thème 1

Évaluation en laboratoire de techniques destinées à
séparer la pâte de ciment du gravillon naturel d'origine

Auteur(s) :

Braymand S., Roux S., Fares H.

Organisme(s) :

IJL Nancy - IMFS

R/17/RECY/036
LC/14/RECY/53-54
Mars 2017

Site internet : www.pnrecybeton.fr

Président : Jacques ROUDIER

Directeur : Horacio COLINA

Directeur Scientifique : François DE LARRARD

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

Résumé

Une des caractéristiques spécifiques des granulats recyclés de béton est la présence de mortier accolé qui modifie les propriétés de ces granulats et ainsi influencent les compositions et propriétés des bétons dans lesquels ils peuvent être réintroduits. Cette étude vise à sélectionner puis expérimenter les processus qui permettent une séparation la plus complète possible. Un point important est que la méthode développée en laboratoire doit être transférable à plus grande échelle sur plate-forme industrielle de recyclage. Après une revue bibliographique, soulignant les processus pertinents, plusieurs méthodes sont testées dans des conditions de laboratoire pour déterminer leur efficacité. Ils sont basés sur des principes physiques, mécaniques et chimiques et. L'efficacité est évaluée en mesurant les pertes de masse, les variations de densité et en effectuant des comparaisons visuelles. Dans la plupart des études de la littérature, l'efficacité d'un traitement est corrélée à la perte de masse, souvent confondue avec le taux de libération des granulats. Il a été montré ici qu'une perte de masse élevée n'est pas nécessairement représentative d'un traitement efficace. Une étude approfondie de la notion d'efficacité du traitement a été proposée dans cette étude. Il ressort de cette étude que les traitements thermo mécaniques sont les plus facilement industrialisables parmi les traitements identifiés comme efficaces dans l'étude exploratoire et non dangereux pour la santé ou l'environnement. Une étude multi paramètre a été menée sur ces traitements et plusieurs valeurs de ces paramètres ont été optimisées (température à appliquer, état initial de saturation, mode de post traitement mécanique,...). A l'issue de cette étude qui contient de nombreux résultats expérimentaux et une analyse bibliographique exhaustive, il a été montré que peu de procédés de nettoyage des granulats recyclés sont susceptibles d'être transposés à l'échelle industrielle à coûts environnementaux donc économiques raisonnables.

Abstract

Construction and demolition waste stream has generated new materials that may be re-introduced into new concrete, e.g. as recycled aggregates. The specific feature of recycled concrete aggregates (RCA) is the presence of hardened mortars influencing their behaviour. This study aims to distinguish processes that allow the complete separation and quantification of attached mortar. An important point is that the laboratory developed method has to be transferable on a wider scale to be exploited on a real recycling platform. This study is linked to the RECYBETON National Research Project involving public research laboratories, institutes and private companies. After a short literature review, pointing out the relevant processes, several methods are tested in laboratory conditions to determine their efficiency. They are based on mechanical, chemical and physical principles. Efficiencies are evaluated by measuring mass losses, density variations and by carrying out visual comparisons. The definition of this efficiency concept and the mortar content denomination are also discussed. The most promising methods seem to be combined thermal-mechanical processes. Concerning the hot or cold thermal processes combined with a mechanical treatment, a multi-criteria phase experiment allows for a thorough knowledge of treatment efficiency. However, it appears that not any one method is 100% satisfactory as aggregates are never completely cleaned and/or are damaged.

Sommaire

Résumé.....	2
Abstract.....	2
Introduction et contexte de l'étude.....	9
Objectif et contenu de l'étude.....	9
Équipes impliquées dans l'étude.....	9
Contexte de l'étude : Constitution des granulats recyclés.....	9
A Étude bibliographique.....	11
A.1 Procédés référencés pour séparer le mortier résiduel du granulats parent.....	11
A.2 Traitements mécaniques.....	11
A.2.1 Avant-propos : Propriétés mécaniques du GR et de ses constituants : Essais mécaniques sur granulats recyclés.....	11
A.2.2 Application des essais LA et MDE au détachement du mortier accolé des GR.....	13
A.2.3 Séparation par essai de sablage et autres méthodes de séparation mécanique.....	14
A.3 Traitement par vibrations ultrasonores.....	14
A.3.1 Principe physique.....	14
A.3.2 Paramétrages et résultats.....	15
A.4 Traitements thermiques.....	16
A.4.1 Cas de la haute température.....	16
A.4.2 Cas de la basse température.....	21
A.5 Traitement par micro-onde.....	26
A.5.1 Principes physiques mis en jeu.....	27
A.5.2 Efficacité du traitement.....	28
A.6 Traitement chimique.....	29
A.6.1 Principe : Résistance des bétons aux attaques chimiques.....	29
A.6.2 Efficacité de la méthode et paramètres d'influence.....	29
A.7 Traitements autres (jet hydraulique, courant électrique, ...).....	31
A.7.1 Jet hydraulique.....	31
A.7.2 Courant électrique.....	32
A.8 Traitements Mixtes.....	32
A.8.1 Thermo mécanique haute température.....	32
A.8.2 Thermo mécanique basse température.....	33
A.8.3 Thermo-chimique froid.....	33
A.8.4 Mécano-chimique.....	33
A.9 Évaluation et amélioration de l'efficacité des méthodes.....	34
A.9.1 Comment évaluer l'efficacité des méthodes de séparation ?.....	34
A.9.2 Estimation de la quantité de mortier résiduel.....	35
A.9.3 Amélioration de la séparation et du tri final après détachement.....	40
B Étude exploratoire.....	41
B.1 Recherche des procédés à explorer.....	41
B.1.1 Méthodes mécaniques.....	42
B.1.2 Méthode par attaque chimique.....	44
B.1.3 Méthode thermique à chaud.....	45
B.1.4 Méthode thermique par refroidissement de granulats saturés.....	46
B.1.5 Méthode par micro-ondes.....	47
B.1.6 Méthode par ondes ultra sonores.....	48
B.2 Matériaux et méthodes.....	50
B.2.1 Matériaux d'étude.....	50
B.2.2 Méthodes expérimentales.....	50

B.2.3	Synthèse	57
B.3	Résultats expérimentaux.....	58
B.3.1	Usure par essai mécanique : Micro Deval et Los Angeles	58
B.3.2	Traitement mécanique par sablage.....	63
B.3.3	Traitement par attaque chimique à l'acide chlorhydrique.....	63
B.3.4	Traitements thermiques chauds	64
B.3.5	Traitements thermiques froids.....	68
B.3.6	Expérimentation par micro-ondes (quesada and rosiak, 2015)	71
B.3.7	Expérimentation avec Machine à Ultra-Son (quesada and rosiak, 2015).....	72
B.4	Retour sur l'analyse de l'efficacité des procédés : détermination de la quantité de mortier accolé. .	73
B.5	Conclusions : choix des procédés à optimiser	75
C	Étude d'optimisation des protocoles	76
C.1	Définition des plans d'expérimentations	76
C.1.1	Séquencements : Scénarios et paramètres d'étude.....	76
C.1.2	Plans d'expérimentations.....	81
C.2	Résultats expérimentaux.....	85
C.2.1	Thermomécanique chaud	85
C.2.2	Thermomécanique froid.....	104
D	Approfondissement de scénarios optimisés.....	109
D.1	Introduction.....	109
D.2	Estimation des coûts environnementaux et économiques des procédés sélectionnés	109
D.3	Traitement complet avec contrôle de la qualité des granulats nettoyés sur 1 protocole par procédé 114	
D.4	Essais complémentaires sur ballast.....	119
D.4.1	Matériaux d'étude	119
D.4.2	Procédés étudiés et Essais réalisés	119
D.4.3	Résultats et analyse.....	120
D.5	Synthèse et Conclusions.....	126
	Conclusion générale	129
	Références bibliographiques.....	130
	Annexe	135

Liste des Figures

Figure 1 : Constitution des granulats recyclés (Deodonne, Kunwufine, 2015)	10
Figure 2 : Separation methods, different processes	11
Figure 3 : Mortier, zone de transition interfaciale (Thomas, J and Jennings, n.d.)	11
Figure 4 Interaction polaire entre les matériaux de densité différente (Linß and Mueller, 2004)	15
Figure 5 Schéma de principe de l'expérience (Linß and Mueller, 2004)	15
Figure 6 - Analyses thermo-différentielles sur des échantillons de bétons (BAP et BV) (Fares et al., 2010)	17
Figure 7 - Étude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température (Khoury, 1995)	18
Figure 8 : Fissuration interface granulat/pâte de ciment(Y.-F. Fu et al., 2004)	19
Figure 9 - a) Evolution de dilatation thermique de la pâte de ciment et des granulats avec la température b) Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats (Piasta, 1984)	20
Figure 10 : Comportements dimensionnels des pâtes de ciment au cours du gel (Powers and Helmuth, 1953)	23
Figure 11 : Influence du rapport E/C sur la formation de glace (Marchand, 1993)	24
Figure 12 : Influence du degré de saturation d'un mortier (rapport E/C = 0.6) sur son comportement dimensionnel au cours du gel (Ramachandran et al., 1981)	25
Figure 13 - Probabilité de distribution de libération en fonction du temps d'exposition et des fractions étudiées (Menard et al., 2013).....	29
Figure 14- Résultat obtenu par hydrodémolition.....	31
Figure 15: interaction entre l'eau sous pression et le matériau visé ((Homand-Etienne and Houpert, 1989) Kuyumcu & Rolf, 2004).....	32
Figure 16 : Influence de la température sur les propriétés des granulats	33
Figure 17 Principe du tri visuel	35
Figure 18 : Teneurs en mortiers	36
Figure 19 : Procédés de séparation pâte granulats explorés.	41
Figure 20 Équipement pour le sablage.....	51
Figure 21 Suivi des essais par attaque chimique	53
Figure 22 Broyeur à boulet de type Retsch	55
Figure 23 Refroidissement rapide des échantillons	55
Figure 24 Traitement par ultra-sons	55
Figure 25 Chauffage au four du procédé 3	55
Figure 26 Appareillage ultrason (Controlab).....	57
Figure 27 Schémas de principe des procédés testés en étude exploratoire	58
Figure 28 : proportion massique de mortier accolé obtenue par comparaison des pesées	58
Figure 29 Evolution of effective densities - several wear time	61
Figure 30 Evolution of absorption coefficient - several wear time.....	61
Figure 31 mortier décollé mais non détaché	61
Figure 32 Évolution de la perte de masse par sablage	63
Figure 33 Aspect visuel des granulats après choc thermique à 500°C.	64
Figure 34 : Résultats de l'expérimentation thermique à chaud (Choc thermique 500°C)	65
Figure 35 : Photos des résultats expérimentation thermique chaud + broyeur à boulets	66
Figure 36 Analyse d'image des échantillons chauffés au four à 600 °C	68
Figure 37 : Masse volumique avant et après traitement thermique à froid	68
Figure 38 Granulats en fin de traitement	69
Figure 39 Observations visuelles par étape du granulat traité par cycle gel/dégel	70
Figure 40 Échantillons après refroidissement en enceinte thermique	71
Figure 41 : Évolution de la masse volumique absolue et de la perte de masse vs puissance appliquée (traitement MO)	72
Figure 42 : Protocole expérimentale du traitement thermique à chaud et mécanique	77

Figure 43 : Glace pilée	77
Figure 44 : Micro-Deval à l'eau avec des granulats "homemade" avec 2,5 kg de billes d'aciers.....	78
Figure 45 : Granulats "Homemade" avec 5 boulets d'aciers dans le Micro-Deval, avant traitement mécanique	78
Figure 46 : Protocole expérimentale du traitement thermique à froid et mécanique.....	79
Figure 47 Les 3 états de saturation.....	79
Figure 48 cycles gel/dégel.....	80
Figure 49 Synthèse des paramètres d'études séquencés des procédés thermomécaniques.....	81
Figure 50 Comparisons of LS rubble mass reduction (Δm_{md}) and density (ρ) after tests with different pre saturation duration.....	86
Figure 51 Comparaisons des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) et des masses volumique après différents temps de présaturation.....	86
Figure 52 Comparaisons des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumique (ρ) et des masses volumique avec ou sans présaturation	87
Figure 53 : Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton avec ou sans présaturation.....	87
Figure 54 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton différentes vitesse de montée en température	88
Figure 55 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton en fonction de la température de traitement.....	89
Figure 56 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire selon la température de traitement	89
Figure 57 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon différentes durée de maintien en température.....	90
Figure 58 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire selon différentes durée de maintien en température	91
Figure 59 Test 22.1 - influence d'un refroidissement rapide à l'eau du réseau (échantillons de laboratoire).....	91
Figure 60 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire le type de refroidissement (lent dans le four – à l'air libre).....	92
Figure 61 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire selon le taux de refroidissement	92
Figure 62 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon le taux de refroidissement	93
Figure 63 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon le type de refroidissement (glace ou eau glacée)	93
Figure 64: Test 1, échantillon avant et après traitement mécanique type MicroDeval (10 billes, 10 minutes)....	94
Figure 65 Test 19 Echantillons RecyBeton après traitement chaud, avant et après traitement mécanique micro Deval de 10 minutes avec : 2,5kg de builles) (test 19.1, $\Delta m=17,90\%$, $\rho=2,29g/cm^3$); ou 5 boulets (test 19.2, $\Delta m=66,41\%$, $\rho=2,37g/cm^3$).....	94
Figure 66 a: Test 19 échantillon avant traitement mécanique; échantillons après traitement mécanique b Test 19.2. ($\Delta m=66,41\%$, $\rho=2,37g/cm^3$); c Test 19.4 ($\Delta m=38,73\%$, $\rho=2,36g/cm^3$); d Test 19.6 ($\Delta m=29,37\%$, $\rho=2,34g/cm^3$); e Test 19.7 ($\Delta m=47,36\%$, $\rho=2,33g/cm^3$)	95
Figure 67 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) selon le type de charge abrasive utilisée (10 min de traitement)	96
Figure 68 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon la durée du traitement mécanique	97
Figure 69 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire pour des post-traitement mécanique avec ou sans eau.....	97
Figure 70 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire pour des post-traitement mécanique avec ou sans charge abrasive	97

Figure 71 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de recybeton – essais de répétabilité	98
Figure 72 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons de laboratoire.....	99
Figure 73 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons Recybeton	100
Figure 74 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons Recybeton	101
Figure 75 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons de laboratoire.....	101
Figure 76. Observation des granulats Recybeton traités après procédé 19.4	102
Figure 77. Observation des granulats Recybeton traités après procédé 18.4	102
Figure 78 Analyse multicritères de l'influence des cycles de gel-gel sur la perte de masse et la masse volumique des granulats traités – Granulats 4/10 mm.....	104
Figure 79 Analyse multicritères de l'influence des cycles de gel-gel sur la perte de masse et la masse volumique des granulats traités – Granulats 4/10 mm.....	105
Figure 80. Aspect des granulats à la sortie de l'enceinte thermique	106
Figure 81. Influence du traitement mécanique pour les granulats saturés immergés	106
Figure 82. Effet du mode de saturation sur la perte de masse.....	107
Figure 83. Effet du mode de saturation sur la perte de masse.....	108
Figure 84 Logigramme du calcul de l'énergie et de l'eau du procédé pour 1 T de gravats à traiter	110
Figure 85 Logigramme du calcul de l'énergie et de l'eau du procédé pour 1 T granulats traités	110
Figure 86. Essais de contrôle réalisés aux différentes étapes du traitement Recybeton 10/20 GR4	115
Figure 87 Squelettes granulaires à différentes étapes du traitement Recybeton 10/20 mm	116
Figure 88 Endommagement des granulats Recybeton 10/20 « propres » - TTM chaud.....	117
Figure 89 Evolution des GR4 10-20 mm à différentes étapes du traitement – contrôles visuels	118
Figure 90. Essais de contrôle aux différentes étapes du traitement Ballast Recybeton GR4 et Ballast Homemade GR8.....	119
Figure 91 Squelettes granulaires à différentes étapes du traitement Recybeton Ballast.....	121
Figure 92 Squelettes granulaires à différentes étapes du traitement Homemade Ballast.....	121
Figure 93 Evolution des Homemade GR8 20-40 mm à différentes étapes du traitement – contrôles visuels ...	122
Figure 94 Evolution des RECYBETON 40/100 mm à différentes étapes du traitement – contrôles visuels.....	123
Figure 95 Evolution des ballast Homemade et RECYBETON à différentes étapes du traitement 4h de TT– contrôles visuels.....	124
Figure 96 Bilan des essais thermo mécaniques approfondis	127

Liste des tableaux

Tableau 1 : Tableau récapitulatif des données de résistance à la fragmentation	12
Tableau 2 : Tableau des données de résistance à la fragmentation sur les granulats	12
Tableau 3 : Variation de la résistance à la fragmentation des granulats recyclés en fonction de la résistance du béton parent	12
Tableau 4 : Tableau récapitulatif des données de Micro Deval.....	13
Tableau 5: Quantité maximale d'eau gelable dans des pâtes de ciment saturées (Fagerlund, 1993).....	24
Tableau 6 Éléments solubles et insolubles du mortier accolé.....	30
Tableau 7 Pourcentage de masse dissoute dans l'acide salicylique en 1h (%)	30
Tableau 8: Estimation des teneurs en mortiers	36
Tableau 9: Estimation des teneurs en mortiers.....	38
Tableau 10 : Composition du béton des granulats GR6 et GR8.....	50
Tableau 11 Valeurs caractéristiques des granulats parents des bétons des granulats GR6 et GR8	50
Tableau 12 : Traitements thermiques chaud	54
Tableau 13 : Traitements thermiques froid	55
Tableau 14 Traitements micro-onde	56
Tableau 15 Suivi des masses volumiques et coefficients d'absorption lors du traitement par usure microdeval	60
Tableau 16 comparaison de l'efficacité des traitement par fragmentation Los Angeles et usure Micro Deval ...	62
Tableau 17 Évolution de la perte de masse par sablage	63
Tableau 18 : Quantité de mortier accolé (4/10mm) - essai à l'acide chlorhydrique.....	64
Tableau 19: Récapitulatif des résultats d'essais thermique à chaud + broyeur	66
Tableau 20 Résultat des échantillons après le chauffage au four	67
Tableau 21 Comparaison des résultats de l'analyse d'image.	68
Tableau 22 : Degré de libération des différentes fractions	71
Tableau 23 : tableau résultats traitement micro-onde	71
Tableau 24 : Séparation par ultrasons - résultats.....	72
Tableau 25 : Quantité de mortier accolé - Essai Micro-Deval granulats GR4- 10/14 mm	74
Tableau 26 Plan expérience thermoméca chaud Recybeton GR4 10/20	81
Tableau 27 Plan expérience thermoméca chaud homemade GR8 32/64	82
Tableau 28 Plan expérience thermoméca froid Recybeton 10/20 mm	83
Tableau 29 Masses volumiques de référence	85
Tableau 30 Bilan des consommations énergétiques procédé thermique	113
Tableau 31 Pertes de masse et masses volumiques à différentes étapes des traitements thermo mécaniques – Recybéton 10/20 mm	115
Tableau 32 Pertes de masse et masses volumiques à différentes étapes des traitements thermo mécaniques froids sur graviers et ballast.....	120
Tableau 33 Pertes de masse et masses volumiques à différentes étapes des traitements thermo mécaniques chauds sur graviers et ballast.....	120
Tableau 34 Comptage des granulats GR8 20-40 mm selon leur qualité après le traitement	125
Tableau 35 propriétés des granulats traités GR8 TMF billes- fonction la qualité des granulats	125

Introduction et contexte de l'étude

L'étude présentée dans ce rapport se place dans la perspective d'une pénurie de granulats naturels nécessitant l'utilisation de granulats issus du recyclage des bétons (Vandecasteele et al., 2013),(Coronado et al., 2011). Les spécificités physico-chimiques des bétons démolis puis recyclés, telles que leur forte absorption, limitent leur utilisation directe comme granulats à béton. La question de l'intérêt d'un prétraitement se pose alors. Cette opération vise à séparer les granulats parents, en vue de leur réutilisation comme granulats à béton, du mortier ou de la pâte adhérente. Les résidus/déchets obtenus post-traitement (mortier et pâte broyés) pourraient être recyclés comme Matière Première Secondaire en cimenterie.

Objectif et contenu de l'étude

L'objectif de cette étude est de mettre au point des protocoles « standardisables » pour détacher le mortier accolé (ou pâte) et contrôler la qualité du granulat traité. Une méthode d'estimation de la quantité de mortier accolé est aussi proposée et les liens avec autres propriétés des granulats étudiées dans le cadre du PN (absorption,...) sont établis. Enfin une analyse simplifiée des coûts énergétique, économique et environnemental des solutions est faite.

Pour ce faire, une étude bibliographique exhaustive des procédés est réalisée en première partie. Une étude préliminaire (phase exploratoire multi procédés : ~ 10 procédés), fait l'objet de la seconde partie de ce rapport. Elle aboutit au choix de deux protocoles standardisables : un traitement thermo mécanique à chaud (haute température) et un traitement thermomécanique à froid (basse température). L'analyse de l'efficacité des procédés par des méthodes de contrôle intervient dans ce choix. La troisième partie du rapport est consacrée à l'optimisation de ces protocoles, par le choix des paramètres des traitements, (scénarios : température, durée,...). Un approfondissement des scénarios est proposé en quatrième partie afin d'en estimer la faisabilité industrielle: bilan environnemental et économique des procédés, contrôle-qualité post traitement approfondi et efficacité des procédés sur des matériaux de type ballast ($\geq 40/60$ mm).

Cette étude a fait l'objet d'une communication internationale (WASCON 2015) et d'un article de revue en cours de révisions (Journal of Waste and Biomass Valorisation). Ce dernier est joint au rapport.

Équipes impliquées dans l'étude

Ce travail est un projet collaboratif entre le laboratoire ICube (Université de Strasbourg, INSA Strasbourg) et le laboratoire IJL (Institut Jean Lamour, Université de Lorraine[°]). Les personnes en charge de ce projet sont Sandrine BRAYMAND (ICube), Sébastien ROUX (IJL) et Hanaa FARES (IJL). Sandrine BRAYMAND est le correspondant de l'étude auprès du PN RECYBETON.

Contexte de l'étude : Constitution des granulats recyclés

Les granulats recyclés sont constitués des particules de taille variable suivantes (Serres et al., 2016)(Braymand et al., 2014)-(Tsoumani et al., 2015) :

- Les fines recyclées, dont la taille est comprise entre 0 et 500 μm , qui sont essentiellement constituées de pâte de ciment durci, de granulats parents broyés et de ciment anhydre.

- Le sable recyclé, de fraction granulaire 0/4 mm, qui est constitué des granulats parents et de mortier primaire (sable parent, ciment anhydre et hydraté).
- Les gravillons et les graviers recyclés, de fraction granulaire supérieure à 4 mm, qui ont une constitution proche des sables recyclés avec une teneur en mortier accolé supérieure.

Ainsi, les granulats recyclés sont constitués de granulats naturels enrobés de mortier primaire ; ces deux phases peuvent être séparées ou attachées. La présence de ce mortier primaire est à l'origine des différences de comportement entre les granulats de béton recyclés et les granulats naturels (Braymand et al., 2015)-(Sri Ravindrarajah and Tam, 1987). La plage de variation de ces modifications de propriétés, généralement néfastes pour les béton à l'état frais et/ou durci, est dépendante de la quantité de mortier primaire compris dans le granulats recyclé (Katz, 2003).

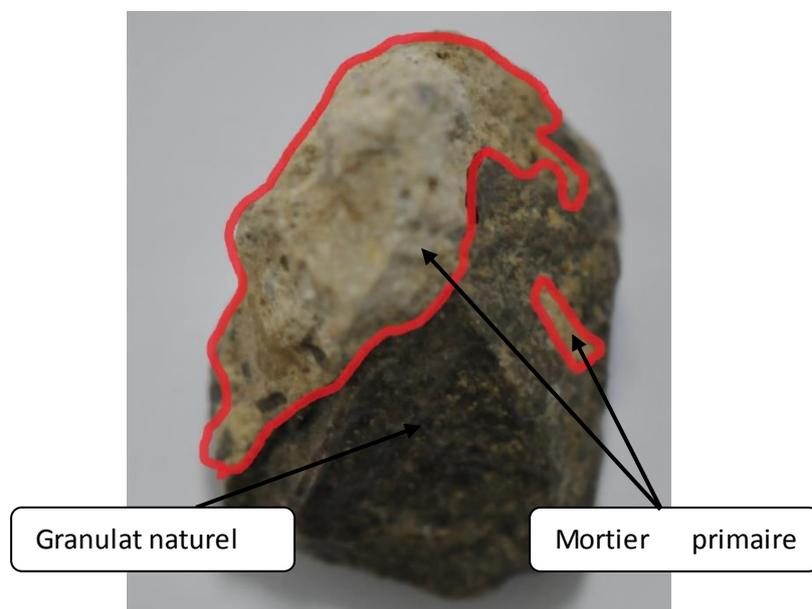


Figure 1 : Constitution des granulats recyclés (Deodonne, Kunwufine, 2015)

Le mortier primaire se retrouve dans la bibliographie sous plusieurs appellations : mortier primaire, mortier accolé, mortier résiduel... Il peut être constitué de pâte de ciment, de grains de sable (0-2 mm voire plus) et parfois de ciment encore anhydre si le béton démolé est suffisamment jeune.

A Étude bibliographique

A.1 Procédés référencés pour séparer le mortier résiduel du granulats parent

Différentes méthodes de séparation granulats parent / mortier sont évoquées dans la littérature (Figure 2). Elles sont basées sur des principes mécaniques (usure, fragmentation, etc.), chimique (attaque acide) ou physique (traitement thermique, ondes).

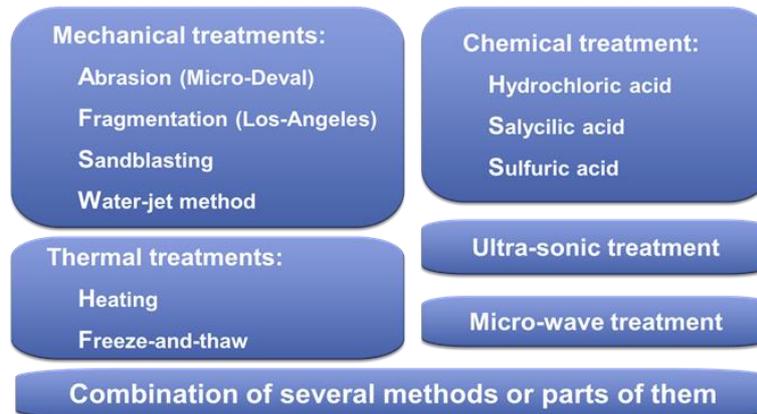


Figure 2 : Separation methods, different processes

Ces méthodes sont basées sur les différences entre les granulats parents et la pâte de ciment :

- Les différences de propriétés physico-chimiques (coefficient de dilatation, réactivité chimique, etc.) et de propriétés mécaniques (résistance à l'abrasion, au choc,...).
- Les faiblesses du matériau recyclé, notamment au niveau de la liaison pâte granulats, la zone de transition interfaciale (Figure 3) dont la porosité est particulièrement élevée (Thomas, J and Jennings, n.d.)

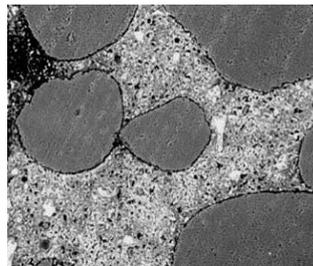


Figure 3 : Mortier, zone de transition interfaciale (Thomas, J and Jennings, n.d.)

A.2 Traitements mécaniques

A.2.1 Avant-propos : Propriétés mécaniques du GR et de ses constituants : Essais mécaniques sur granulats recyclés

Les essais mécaniques sont initialement destinés à caractériser la résistance aux chocs et à l'usure des matériaux. Il existe deux principaux essais pour caractériser ces résistances fondamentales des granulats.

- L'essai Los Angeles / Résistance à la fragmentation

Cet essai d'origine américaine (ASTM C.131.55.) fait l'objet d'une adaptation européenne (NF EN 1097-2, 2010, (Afnor, Norme NF EN 1097-2, 2010) et a pour but de mesurer les résistances combinées à la fragmentation par chocs et à l'usure par frottement réciproques des éléments d'un granulats. Cet essai par voie sèche consiste à détermination du pourcentage de fines (tamis de 1,6 mm) après fragmentation dans un cylindre en présence de boulets en acier.

Ainsi, un coefficient de LA élevé est signe d'un granulats peu résistant et il augmente avec la teneur en mortier primaire dans les granulats recyclés (Zhao, 2014). Les granulats recyclés sont souvent moins résistants que les granulats naturels même si les valeurs sont assez dispersées d'une étude à l'autre. (Tableau 1). Des augmentations de LA jusqu'à 70% ont parfois été observée (Marinković et al., 2012).

Lors de la fabrication d'un granulats recyclé de 2ème génération, l'augmentation du taux de recyclage conduit à une plus mauvaise résistance à la fragmentation tel qu'illustré (Tableau 2) (Mefteh et al., 2013); Le coefficient augmente progressivement pour passer de 24 pour un béton de granulats recyclé dont le béton parent était constitué de granulats naturels à 35 pour un béton de granulats recyclé dont le béton parent était constitué de 100% de granulats recyclés.

Cette résistance à la fragmentation dépend également de la résistance du béton parent (de sa composition), elle augmente avec cette dernière et diminue lorsque E/C augmente (Hansen, 1986) (Tableau 3).

Tableau 1 : Tableau récapitulatif des données de résistance à la fragmentation

Type de granulats	LA sable		LA gravillons ou graviers		Auteurs
	Valeurs	fractions analysées	Valeurs	fractions analysées	
GN	-	-	30,8	-	(Pereira et al., 2012)
GR	39 ± 2	0/4	10/14	-	(de Juan and Gutiérrez, 2009)
	36	0/20	-	-	(Mas et al., 2012)
	40	4/22,4	-	-	-
GN	23	2/6	27	6/12	(Barbudo et al., 2013)
	-	-	25	12/20	
	24 siliceux 26 calcaire	4/10	28 siliceux 29 calcaire	10/20	(Dao, 2012)
GR	34 ± 3	6/11	39 ± 3	11/22	(Hansen, 1986)
	41	4/8	22	16/32	
	-	-	33-37	4/20	
GN	26	4/14	24	8/20	(López-Gayarre et al., 2009)
	25,9	-	22,7	-	
	30,1	-	26,7	-	
GR (béton parent E/C =0,4)	30,1	4/8	26,7	8/16	(Hansen, 1986)
GR (béton parent E/C =0,7)	32,6		29,2		
GR (béton parent E/C =1,2)	41,4		37,0		

Tableau 2 : Tableau des données de résistance à la fragmentation sur les granulats

Origine des granulats recyclés	Coef LA	Fractions analysées [mm]	Auteurs
Béton parent avec GN	24	6,3/10	(Mefteh et al., 2013); (Mefteh and Arabi, 2011)
Béton parent avec 20%GR	25		
Béton parent avec 40%GR	27		
Béton parent avec 60%GR	30		
Béton parent avec 80%GR	32		
Béton parent avec 100%GR	35		

Tableau 3 : Variation de la résistance à la fragmentation des granulats recyclés en fonction de la résistance du béton parent

Echantillons	1	2	3	4	5	6	Auteurs
Résistance des bétons Parents (MPa)	15	16	21	30	38	40	(Hansen, 1986)
LA	28,7	27,3	28	25,6	22,9	20,1	

- L'essai Micro-Deval / Résistance à l'attrition

L'essai Micro-Deval (NF EN 1097-1) vise à mesurer la résistance à l'attrition des matériaux. Un échantillon de granulats est placé dans une jarre contenant une charge abrasive (billes d'acier) et de l'eau (voie humide). La rotation du cylindre entraîne une usure par frottement des granulats entre eux et avec les billes d'acier. Le résultat de l'essai est obtenu par détermination du pourcentage d'éléments fins (<1,6mm) après l'essai.

La résistance à l'usure dépend de la nature du granulats analysés. Un coefficient de MDE élevé est signe d'un granulats peu résistant. Ainsi un granulats naturel de nature siliceux résiste mieux à l'usure qu'un granulats recyclé dont la résistance est proche de celle de granulats naturels calcaires (Mefteh et al., 2013) (Tableau 4).

Tableau 4 : Tableau récapitulatif des données de Micro Deval

Type de granulats	Valeurs de M_{DE}	fractions analysées	Auteurs
GR	19 ± 6	6/11	(Dao, 2012)
	21 ± 3	11/22	
GN	3 siliceux 22 calcaire	4/10	
	3 siliceux 21 calcaire	10/20	
Béton parent avec GN	24	6,3/10	(Mefteh et al., 2013)
Béton parent avec 20%GR	28		
Béton parent avec 40%GR	31		
Béton parent avec 60%GR	34		
Béton parent avec 80%GR	35		

- Influence du mode de concassage sur les propriétés mécaniques des GR

Dans le cadre d'une autre tranche du projet Recybéton, une étude de Hamard et Cazacliu a montré l'influence du mode de concassage des gravats de bétons sur la résistance aux chocs des granulats recyclés obtenus. Les résultats sont illustrés en annexes.

Le granulats de référence est un granulats recyclé obtenu avec un concasseur à mâchoire, initialement proposé en fraction granulaire 0/20, l'étude a été menée sur les fractions 4/6,3 mm et 10/14 mm. Comparativement, la fraction 4/6,3 de ce granulats présente des résistances à l'attrition et aux chocs inférieure à celles de la fraction 10/14. Ce granulats a ensuite été concassé à l'aide d'un concasseur à percussion, d'un concasseur à mâchoire ou d'un concasseur giratoire. Le granulats de référence présente les résistances à l'usure et à la fragmentation plus faibles que celles des granulats re-concassés. Pour ces derniers, les granulats obtenus avec le concasseur à percussion présentent les résistances à la fragmentation et à l'usure les plus élevées et ceux obtenus avec le concasseur giratoire les plus faibles.

A.2.2 Application des essais LA et MDE au détachement du mortier accolé des GR

- Méthode de séparation par chocs

Cette technique de séparation pâte-granulats se base sur l'essai Los Angeles (Yoda K., Harada M, Sakuramoto F, 2003). Les échantillons de GRB sont entraînés en rotation dans un tambour contenant des boulets métalliques de 435g à une vitesse de 30-33 tours par minute. L'efficacité de ce procédé, jusqu'à 64% (perte de masse après tamisage), est dépendante du nombre de boulets utilisés, de la quantité de matériaux traité, de la vitesse de rotation, du nombre de tours c'est à dire de la durée de traitement. Bien qu'il soit facile d'atteindre un rendement élevé par augmentation de la durée du traitement, la limite principale de ce procédé est son importante consommation énergétique qui impose de trouver un compromis entre efficacité, durée du traitement et consommation énergétique (Agrela et al., 2013).

- Méthode de séparation : abrasion / friction

Cette technique de séparation pâte-granulats se base sur l'essai micro-Deval. Les granulats à traiter et la charge abrasive (billes d'acier de 10 mm de diamètre) sont entraînés en rotation à une vitesse de 100 tr/min provoquant ainsi l'usure du mortier. L'efficacité de cette méthode, bien que dépendant de la durée de traitement, est moins efficace que celle basée sur la procédure de l'essai Los Angeles mais permet d'éviter la fragmentation des granulats parents et donc préserve mieux leur intégrité, notamment lorsque que les granulats parents sont roulés.

A.2.3 Séparation par essai de sablage et autres méthodes de séparation mécaniques

Il n'est pas mentionné d'essai mettant en œuvre une technique par sablage dans la littérature.

D'autres méthodes de séparation mortier-granulat basées sur des principes mécaniques sont mentionnées dans la littérature. Ces méthodes se rapprochent des méthodes de concassage et utilise les différences de propriétés mécaniques entre le mortier et les granulats parents. Des procédés ont ainsi été développés en utilisant un arbre, cylindrique ou conique, en rotation non-coaxiale dans une chambre. Lors de la rotation, le mortier est séparé du granulat parent et broyé. Malgré leur simplicité de mise en œuvre, ces méthodes conduisent, comme celle basée sur l'essai Los Angeles, à un concassage important des granulats parent dont l'intégrité n'est alors pas préservée.

A.3 Traitement par vibrations ultrasonores

A.3.1 Principe physique

Cette méthode est basée sur l'impact de la propagation en phase aqueuse d'ondes sonores hautes fréquences (ultrasonores) sur les granulats à traiter. Lorsque les ondes sonores traversent des interfaces de densités différentes (granulats / pâte de ciment), des interférences positives et négatives se produisent, créant des pressions et des contraintes entre les granulats et la pâte de ciment (ondes réfléchies et transmises, Figure 4). Ces contraintes dégradent principalement la liaison entre les granulats et la pâte de ciment, et les fissures ainsi créées suivent la zone de transition interfaciale.

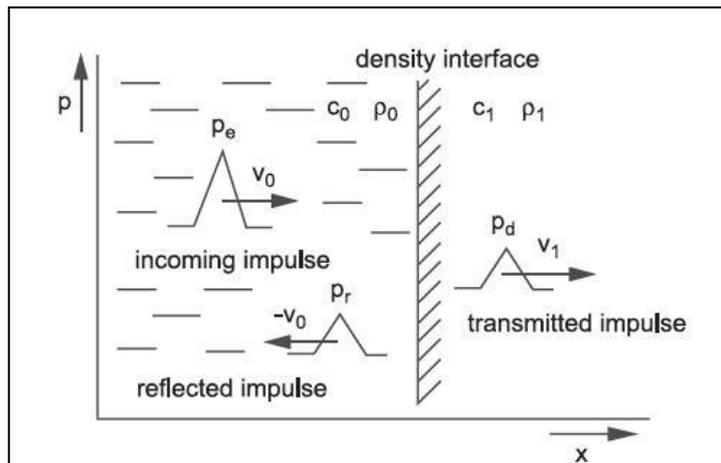


Figure 4 Interaction polaire entre les matériaux de densité différente (Linß and Mueller, 2004)

A.3.2 Paramétrages et résultats

Les ondes ultrasonores traversant le milieu liquide sont générées par la décharge d'un condensateur. La quantité d'énergie utile peut ainsi être optimisée en ajustant les paramètres tels que la capacité du condensateur, la tension de charge, la distance entre les électrodes ainsi que le nombre et la fréquence des impulsions. Cette méthode génère une énergie répartie sur toute la surface. Une distribution régulière des ondes augmente l'efficacité de séparation tout en réduisant la dégradation des granulats naturels parents.

Une étude menée par Ling et Mueller (Linß and Mueller, 2004) dont le dispositif est illustré par la Figure 5, a permis de faire un bilan des paramètres d'influence de l'efficacité de cette méthode : taille des granulats, tension appliquée, capacité du condensateur, distance entre les électrodes et nombre d'impulsions.

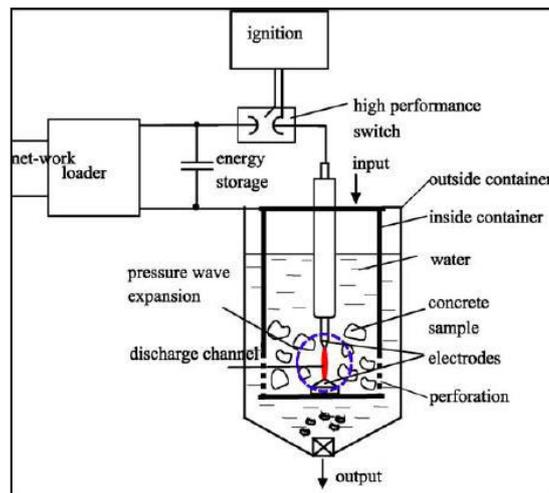


Figure 5 Schéma de principe de l'expérience (Linß and Mueller, 2004)

Cette étude a tout d'abord montré que l'efficacité de ce procédé est supérieure à celle des traitements mécaniques conventionnels par concassage (concasseur à mâchoires, à percussion) mais est dépendante de la taille des granulats. Le taux de détachement annoncé est de l'ordre de 40% pour des granulats de 4mm et jusqu'à 70% pour des granulats de 24mm. Comme l'ensemble des techniques de séparation, cette méthode est influencée par la résistance du béton parent. En effet,

un béton de moindre résistance sera plus sensible aux impulsions, augmentant ainsi le taux de détachement. La composition du ciment du granulat parent influence également l'efficacité de la méthode en modifiant la conductivité de la solution ce qui accroît les pertes lors des différentes phases de décharge du condensateur. Cette augmentation de la conductivité est induite par libération d'ions alcalins issus de la portlandite dont la teneur est variable en fonction de la nuance cimentaire.

L'efficacité de cette méthode est à mettre en perspective avec la consommation d'énergie très importante de ce procédé. Aucune étude réelle n'a pu quantifier la quantité d'énergie nécessaire en kWh/tonne cependant les impulsions électriques sont très gourmandes en énergie. Si l'on ramène la quantité d'énergie utilisée lors de l'expérimentation de (Linß and Mueller, 2004) on aurait une consommation d'environ 12 kWh/tonne de granulats recyclé.

A.4 Traitements thermiques

A.4.1 Cas de la haute température

A.4.1.1 Principe : Influence de la température sur les propriétés du béton

Au cours du chauffage, la pâte de ciment et les granulats subissent des transformations physico-chimiques fonction de la température telles que des changements de phases, des retraits ou des dilatations, des fissurations, etc., qui modifient de manière significative les propriétés physiques et mécaniques du matériau. L'étude de ces modifications à l'échelle de la microstructure est indispensable à la compréhension des mécanismes responsables de la dégradation des propriétés macroscopiques du matériau avec le chauffage.

Trois phénomènes principaux favorisent la ruine d'un élément en béton soumis à de fortes chaleurs :

- « *l'écaillage par pressions internes* » : l'eau emprisonnée dans l'élément qui, ne pouvant s'échapper lors de l'échauffement, va créer une surpression et provoquer un éclatement du matériau
- « *l'écaillage par dilatation thermique empêchée* » est provoqué par un important gradient thermique entre la face extérieure de l'élément et son noyau. Bazant et al. ont montré que des contraintes internes en compression apparaissent et provoquent la fissuration de l'élément. Ils affirment également que les pressions internes dans la structure ne jouent qu'un rôle secondaire (Bazant and Kaplan, 1996) dans sa ruine.
- les dégradations chimiques internes des phases cristallisées du béton qui vont provoquer sa destruction. Le béton est un matériau composite formé de liant, de granulats, d'eau et d'ajouts. L'eau est présente sous différentes formes : eau libre, eau adsorbée et eau chimiquement liée. Avec la température, elle se dilate puis s'évapore en entraînant une déshydratation et une décomposition des hydrates formés initialement à l'origine des résistances mécaniques du matériau.

Détérioration de la pâte de ciment

La détérioration du béton par des traitements à haute température est principalement caractérisée par la détérioration de la pâte de ciment. Fisher (Fisher, 1970) a montré que la porosité de la pâte de ciment évolue en fonction de la température à laquelle elle est soumise.

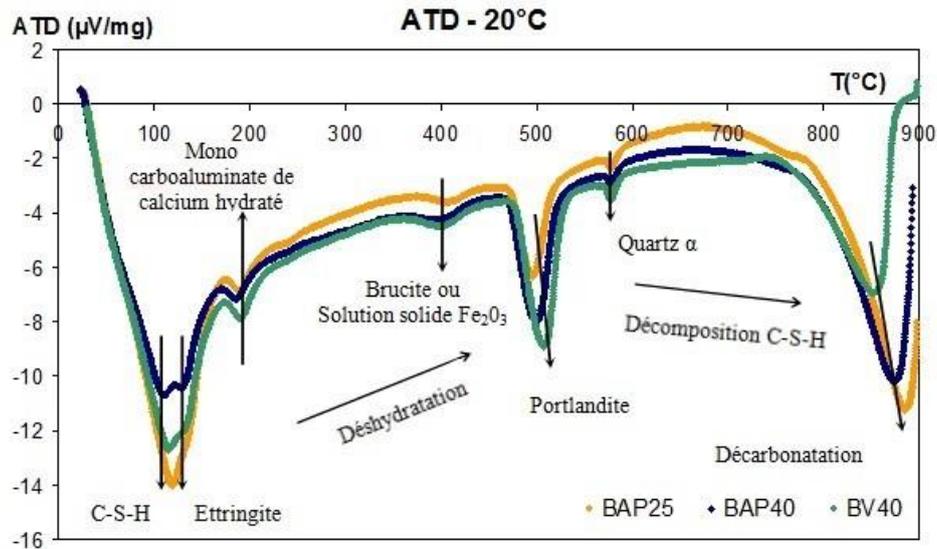


Figure 6 - Analyses thermo-différentielles sur des échantillons de bétons (BAP et BV) (Fares et al., 2010)

Afin de mieux comprendre le phénomène de dégradation des hydrates de la pâte de ciment, on se base sur l'analyse thermo-différentielle des bétons non chauffés (Figure 6), la présence de 6 pics endothermiques est associée à des changements d'état cristallin ou à la déshydratation de certains hydrates de la pâte de ciment (Fares et al., 2010) :

- Le double pic à 110 et 130°C est attribué au départ de l'eau (absorbée) de constitution de certains hydrates : les C-S-H et l'ettringite (Persy and Deloye, 1986). A 200°C, la présence d'un pic indique la déshydratation du monocarboaluminate de calcium hydraté (Nonnet et al., 1999).
- Entre 200 et 300°C, Khoury, Noumowé et Richard (Khoury, 1995; Noumowe, 1995; Richard, 1999) attribuent les légères variations de flux à la déshydratation continue des C-S-H.
- A 400°C, on observe un petit pic dont l'identification n'est pas clairement établie. Une transformation similaire a été observée par Sha et al. sur des pâtes de ciment (Sha et al., 1999). Ces auteurs attribuent ce pic au changement d'état cristallin ou à la déshydratation d'une solution solide de Fe_2O_3 . Mais, d'autres sources (Persy and Deloye, 1986) identifient ce pic à la décomposition de la brucite ($Mg(OH)_2$).
- Entre 450 et 550°C, le pic correspondant à la décomposition de la portlandite en chaux libre (Noumowe, 1995; Platret, 2002) est observé (déshydroxylation). Avant que la portlandite ne soit détruite aux alentours de 491 °C, presque aucun changement n'est visuellement notable. C'est pour cela qu'il est nécessaire de monter en température.
- A 573°C, se déroule la transformation allotropique du quartz- α en quartz- β accompagnée d'un phénomène de dilatation (responsable de la fissuration des granulats siliceux) (Platret, 2002). Cette modification apporte la fragilité nécessaire à la pâte de ciment pour ce décomposer et libérer les granulats parents. Cela peut s'expliquer par le gonflement engendré par ce changement d'état mais également par un plus grand nombre de C-S-H détruits.

- Entre 600 et 700°C, les C-S-H se décomposent et se transforment en une nouvelle forme de silicates bicalciques (β -C2S) (Platret, 2002). De 700 à 900°C, le pic est attribué à la décomposition des granulats et des fillers calcaires. Celle-ci est accompagnée d'une libération de CO₂ (Khoury, 1995; Noumowe, 1995).

Au cours du chauffage, l'eau du béton est éliminée progressivement en fonction de son énergie de liaison : d'abord l'eau libre puis l'eau liée. De même, les hydrates et les granulats subissent des transformations en fonction de la nature des minéraux constitutifs. Les courbes de la Figure 11 présentent des différences significatives d'un matériau à l'autre pour ce qui concerne la hauteur des différents pics. Les compositions des trois bétons étudiés diffèrent par la nature du ciment utilisé, par la présence d'additions minérales et par les proportions des différents constituants. Les quantités d'hydrates formés d'un béton à l'autre sont donc naturellement différentes, ce qui explique les écarts de hauteurs de pics. En revanche, la position des pics est globalement la même pour tous les bétons, la nature des transformations qui se produisent au sein du matériau est donc la même d'un béton à l'autre.

Dégradation des granulats

La stabilité chimique et physique des granulats est un facteur important du comportement du béton soumis à une élévation de température. La stabilité thermique du béton à haute température dépend du choix des granulats (Khoury et al., 2007).



Figure 7 - Étude de la stabilité thermique et des transformations physico-chimiques de divers granulats en fonction de la température (Khoury, 1995)

Selon leur nature, les granulats sont plus ou moins sensibles à la montée en température et la majorité d'entre eux est généralement stable jusqu' à 600 °C (Harada et al., 1972). Cependant, les granulats non siliceux peuvent subir des transformations chimiques et des réactions de décomposition à des températures inférieures à 600 °C. Différents travaux ont, par exemple, montré de forts risques d'instabilités thermiques de certains granulats comme le grès (entre 260 et 350°C) ou encore le silex (à partir de 150°C) (Meyer-Ottens, 1972; Mindeguia, 2009).

Aux transformations physico-chimiques s'ajoutent des modifications minéralogiques qui peuvent avoir des répercussions sur les propriétés des granulats. Le quartz, principal constituant des granulats siliceux possède une forme stable à basse température, le quartz- α (structure trigonale). Au-dessus de 573°C, une légère rotation des liaisons conduit à une forme cristalline, le quartz- β (structure hexagonale). Cette transformation allotropique réversible s'accompagne d'une augmentation de volume qui peut atteindre 8% (Géraud et al., 1992). Le second minéral le plus répandu dans les granulats est la calcite. Elle subit les effets de la température à partir de 660°C en se dissociant : ce phénomène est la décarbonatation (Jouenne, 1975). La calcite est présente dans les granulats calcaires qui ont un bon comportement thermique jusqu'à 700°C. Au-delà, le carbonate de calcium se décompose en CaO (Chaux) et en CO₂ ce qui entraîne une déstructuration du granulat. Le monoxyde de calcium formé peut réagir avec de l'eau pour reformer de la portlandite (Ca(OH)₂). Cette réaction est à l'origine d'un gonflement important entraînant un doublement de volume (Rayssac et al., 2009).

Détérioration de l'interface pâte granulat : effet des dilatations différentielles

Avec l'augmentation de la température les éléments en présence (pâte de ciment et granulat) vont se dilater différemment. Les granulats vont se dilater de façon uniforme avec l'augmentation de la température alors que la pâte de ciment va d'abord se dilater puis ensuite se rétracter (phénomène dû à la décomposition chimique des hydrates). Le coefficient de dilatation thermique des granulats est de l'ordre de 5 à 13x10⁻⁶ K⁻¹ alors que celui de la pâte de ciment est plutôt de l'ordre de 11 à 16x10⁻⁶ K⁻¹ jusqu'à 150°C (Neville, 1996). Ces phénomènes de variations volumiques différentielles vont entraîner des tensions importantes à l'intérieur des granulats et particulièrement au niveau de l'interface entre le granulat naturel et la pâte de ciment (Y.-F. Fu et al., 2004).

Des études (Y.-F. Fu et al., 2004) confirment que lors de la chauffe jusqu'à environ 105°C la pâte de ciment va se dilater de façon plus rapide que le granulat ce qui crée des fissures tangentielles dues à une décohésion. Pour les températures supérieures à 105°C, on observera une dilatation plus importante des granulats que celle de la pâte de ciment. Ce type de variation différentielle de volume entraîne la création de fissures radiales au sein de la pâte de ciment et quelques fissures dans le granulat. Les divers types de fissuration sont représentés dans la Figure 8.

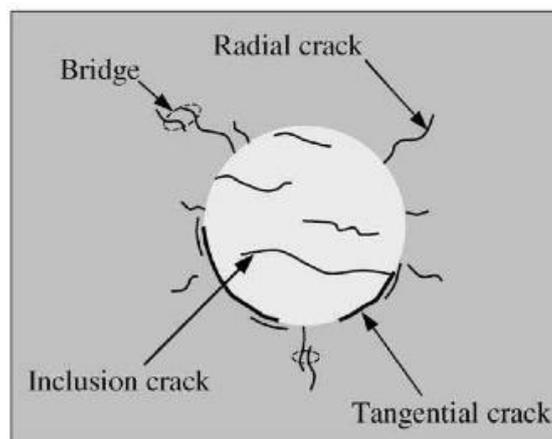


Figure 8 : Fissuration interface granulat/pâte de ciment (Y.-F. Fu et al., 2004)

Les C-S-H sont à l'origine de la liaison entre les granulats et la pâte de ciment, il faudra donc supprimer cette liaison pour pouvoir séparer les deux composants plus simplement. Or selon les

travaux de Chen (Chen, 2009), qui se base sur plusieurs études (Baroghel-Bouny, 1994; Hewlett, 1998; Mounanga, 2003), on observe une décomposition par déshydratation des C-S-H à partir de 140°C et environ jusqu'à 400°C. Au-delà de 120°C, la pâte de ciment ne se dilate plus mais se contracte en raison de la déshydratation des hydrates. (Figure 9)

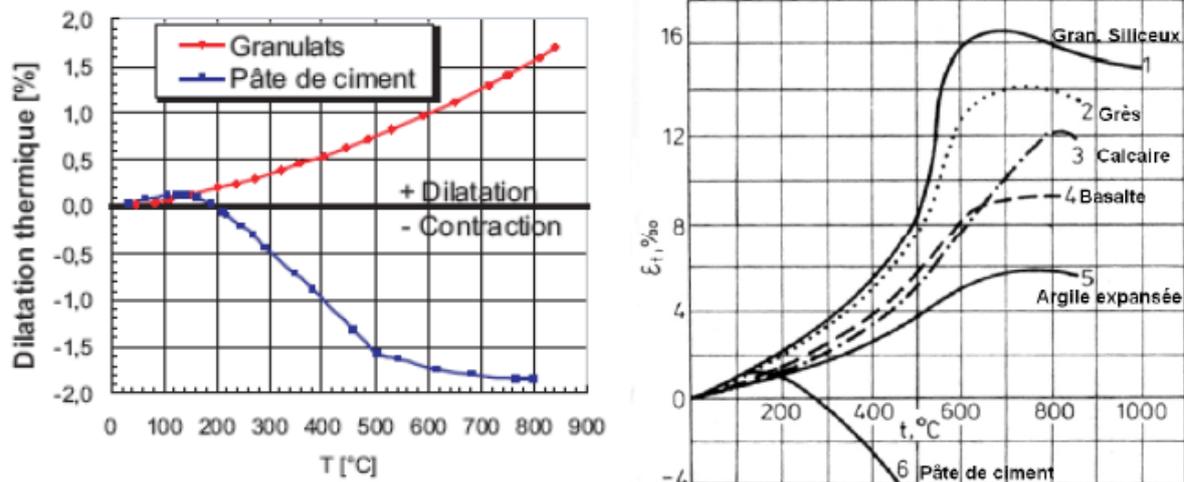


Figure 9 - a) Evolution de dilatation thermique de la pâte de ciment et des granulats avec la température b) Déformations thermiques de bétons formulés avec différents granulats (Piasta, 1984)

Les travaux menés par (Castellote et al., 2004; Piasta, 1984) montrent que la dilatation thermique du béton dépend principalement de celui de la nature des granulats. Mais, des différences peuvent également être dues à la porosité initiale des granulats et leur teneur en minéraux.

En conclusion, en fonction, de l'évolution du coefficient de dilatation thermique de la pâte de ciment et des granulats, des fissures radiales, tangentielles ou intragranulaires peuvent se développer au niveau de l'interface pâte/granulats. Au-delà de 530°C, les fissures sont essentiellement radiales (Y. F. Fu et al., 2004). D'autres paramètres influencent également l'interface pâte/granulat avec la température : un faible rapport E/C, la présence de fines comme les fumées de silice peuvent retarder la détérioration de la zone d'interface (Menou, 2004).

Influence sur les propriétés mécaniques du béton

D'après l'Eurocode 2 (EC2, 2004), la résistance du béton reste constante jusqu'à 250 °C puis diminue progressivement jusqu'à 600 °C. Elle ne représente alors plus que 45 % de la résistance à 20 °C. À la température de 1 000 °C, elle ne possède plus aucune résistance physique. Il est donc nécessaire de trouver un procédé complémentaire au chauffage des échantillons car il n'est possible de chauffer le béton au-delà de 600 °C en conservant les caractéristiques intrinsèques des granulats.

Ainsi les granulats devront être chauffés au-delà de 140°C de façon à ce que d'une part les variations de volume des deux éléments en présence se déroulent pour faciliter la création de fissures. D'autre part, les C-S-H qui participent grandement à la création d'une liaison entre le granulats et la pâte de ciment seront altérés. Ces deux phénomènes devraient faciliter la séparation du mortier accolé.

A.4.1.2 Application du traitement haute température à la séparation du mortier accolé.

Les principes expliqués précédemment permettent d'envisager cette méthode et son efficacité :

- la dégradation des hydrates du ciment,
- la dilatation différentielle des différents constituants du béton durci,
- la moindre résistance aux contraintes thermiques du mortier par rapport aux granulats naturels.

Avec les procédés de séparation thermique, les granulats recyclés de béton (GRB) sont chauffés pendant plusieurs heures à des températures comprises entre 300°C et 600°C (selon la résistance du mortier et le type granulats naturels). Après le traitement thermique, les GRB sont tamisées afin de séparer le mortier « cassé » de gravillons naturels.

Certaines études ont montré que l'immersion sous eau des GRB (saturation du mortier) préalablement au traitement thermique permet d'améliorer l'efficacité de ce procédé de séparation. En effet, la transformation de cette eau en vapeur engendre une augmentation de la pression interne au mortier favorable à sa fissuration.

Les procédés thermiques présentés dans la bibliographie limite la température de traitement des GRB à 600°C, température pour laquelle la proportion maximale de mortier séparé est de 20% (Akbarnezhad et Ong 2013).

La « trempe » dans de l'eau froide (refroidissement très rapide) des GRB après le cycle de chauffe engendre un choc thermique supplémentaire qui améliore également l'efficacité du procédé. L'impact du refroidissement brutal est le plus probablement due à « la dilatation thermique empêchée » que propose Bazant (Bazant and Kaplan, 1996). En effet le gradient thermique entre la face extérieure du granulats et son noyau est tel que cela provoque un effort de compression interne qui disloque le mortier des échantillons.

Un des principaux avantages de la séparation thermique par chauffage est la facilité de mise en œuvre. Néanmoins, ce traitement est à l'origine d'une consommation énergétique élevée, d'autant plus qu'il n'offre qu'une faible efficacité nécessitant des temps de traitement (donc un maintien en température) qui peut être long. De plus, la haute température peut avoir une influence négative sur granulats naturels en créant des contraintes internes élevées. Des résultats d'essais ont montré ; qu'après traitement à 600 ° C, la résistance à la traction des granulats naturels peut être réduite de 60% (Akbarnezhad and Ong, 2013). Cependant, ce taux de réduction dépend fortement du type de granulats naturels. Pour éviter cet effet négatif, il est conseillé de n'utiliser cette méthode thermique que pour les GRB dont les propriétés mécaniques des granulats sont beaucoup plus élevées que celles du mortier et d'optimiser les températures de traitement.

A.4.2 Cas de la basse température

Pour obtenir la séparation de la pâte de mortier et des granulats, il est également possible d'avoir recours à un traitement thermique froid, un traitement par cycle gel-dégel.

A.4.2.1 Principe : Influence du gel sur les propriétés du béton

La cause principale de la dégradation du béton n'est pas nécessairement liée à l'accroissement de volume accompagnant la transformation de l'eau en glace (de l'ordre de 9%) mais plutôt aux pressions engendrées par les mouvements de l'eau interne vers les « fronts de congélation » formés à certains emplacements du béton.

L'application d'une basse température développe des mécanismes qui conduisent à deux types de dégradations :

- Le mécanisme de gel interne qui provoque une fissuration répartie dans la masse du béton.
- Un écaillage (délitage de la zone superficielle) provoqué par un gradient thermique important au voisinage de la surface.

Ces deux mécanismes sont d'origines différentes : la première est issue de l'action répétitive de cycles de gel-dégel tandis que la seconde est due à une brusque chute de température superficielle.

La fissuration interne

Cette dégradation touche toute la masse de béton soumise à des cycles de gel-dégel et ceci par l'apparition d'une microfissuration du béton en surface et au cœur. L'intensité de la fissuration interne dépend de la sévérité des cycles (températures minimales et maximales, taux de gel, degré de saturation). Cette fissuration interne du **béton altère** ses propriétés : diminution de son imperméabilité ainsi que de ses caractéristiques mécaniques (module élastique, résistance à la traction, à la compression). **Il peut également perdre toute cohésion** s'il est fortement attaqué par le gel interne (Marchand et al., 1996b; Yang et al., 2006b).

Au niveau microscopique, cette dégradation contribue à affaiblir et **casser** les liaisons pâtes/granulats (Vernet, 1986). En outre, les auteurs Pigeon et Regourd (Pigeon and Regourd, 1986) ont montré que les C-S-H sont stables aux cycles de gel-dégel, mais la portlandite et les sulfo-aluminates sont partiellement dissous et se recristallisent dans **les porosités**. Avec un nombre répété de cycles, la portlandite est même dissoute et on constate une apparition d'hydrates secondaires fibreux accompagnée d'une augmentation de la porosité capillaire (Vernet, 1986).

Au niveau macroscopique, la fissuration se produit d'abord à la surface et au voisinage des arêtes des éléments en béton. Le phénomène s'intensifie en dégradant toutes les surfaces exposées au gel. Les gros granulats sont ainsi facilement déchaussés et le béton perd progressivement toute sa cohésion et s'érode en libérant des fragments de pâte et de son squelette granulaire.

Malgré de nombreuses recherches, aucune théorie exacte et complète n'a été démontrée pour expliquer les mécanismes de détérioration associés à la fissuration interne, mais quelques modèles plus ou moins détaillés ont été développés et expliquent pour partie ce phénomène ainsi que le rôle protecteur des bulles d'air.

Ces théories se basent sur les phénomènes couplés suivants :

- Le volume de l'eau augmente de 9% lors de sa transformation en glace.
- L'eau gèle à une température qui dépend de la dimension du pore, plus le pore est petit, plus la température de fusion de la glace est basse (Defay and Prigogine, 1966). En pratique, l'eau des pores de C-S-H est donc qualifiée de « non-gelable ».
- La sensibilité au gel d'une pâte de ciment est liée à la quantité d'eau « gelable » qui est en fonction du rapport E/C, du degré d'hydratation, de la température minimale atteinte et du degré de saturation.

- La thermodynamique montre que la glace pourrait se former à l'extérieur d'un corps poreux (gel à vitesse lente) et produirait une contraction de ce corps poreux, exempt d'eau, cas des pâtes adjuventées d'entraîneur d'air (Figure 10).

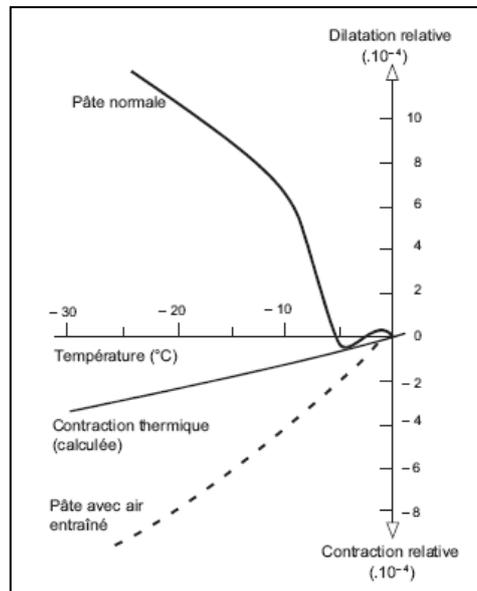


Figure 10 : Comportements dimensionnels des pâtes de ciment au cours du gel (Powers and Helmuth, 1953)

Gonflement/contraction

Pour les pâtes saturées sans air entraîné, on mesure un gonflement quand la température s'abaisse au-dessous de -5°C . Ce dernier est provoqué par la formation de glace dans la porosité capillaire qui provoque elle-même sur les parois des pores une pression interne. Pour les pâtes avec air entraîné, on peut expliquer la forte contraction qui est observé par la glace formé dans les bulles d'air (à l'extérieur du corps poreux). La formation de glace peut se faire dans les bulles d'air sans créer de pressions internes sur les parois car ces bulles ne se remplissent pas totalement d'eau et la contraction est provoquée par le départ de l'eau qui migre des plus petits capillaires vers les plus grands pores (non complètement saturés) ou bien dans les bulles pour geler.

Quantité d'eau gelable

Fagerlund (Fagerlund, 1993) a calculé la proportion d'eau évaporable qui peut geler, en fonction du rapport E/C et de la température minimale appliquée (Tableau 5), en se basant sur des mesures expérimentales effectuées et sur la théorie de Powers et al. (Powers and Helmuth, 1953). On remarque que le rapport W_f/W_e (eau gelable / eau évaporable) augmente en fonction de la température minimale atteinte et de E/C. Cette technique surestime un peu la quantité d'eau gelable mais il demeure quand même que pour un E/C=0,20, 30% de l'eau évaporable est gelable à -20°C .

E/C	W_i/W_e (%)		
	-12°C	-20°C	-30°C
0,2	24	30	39
0,3	24	30	39
0,4	24	30	39
0,5	46	50	56
0,6	57	61	60

(Degré d'hydratation = 75%)

Tableau 5: Quantité maximale d'eau gelable dans des pâtes de ciment saturées (Fagerlund, 1993)

Il est également possible de quantifier expérimentalement l'eau qui gèle dans un béton à l'aide d'un calorimètre à basse température (Figure 11). Cet appareil permet de mesurer la quantité de chaleur dégagée lorsque l'eau se transforme en glace ($J/°K/g$) en fonction de la température.

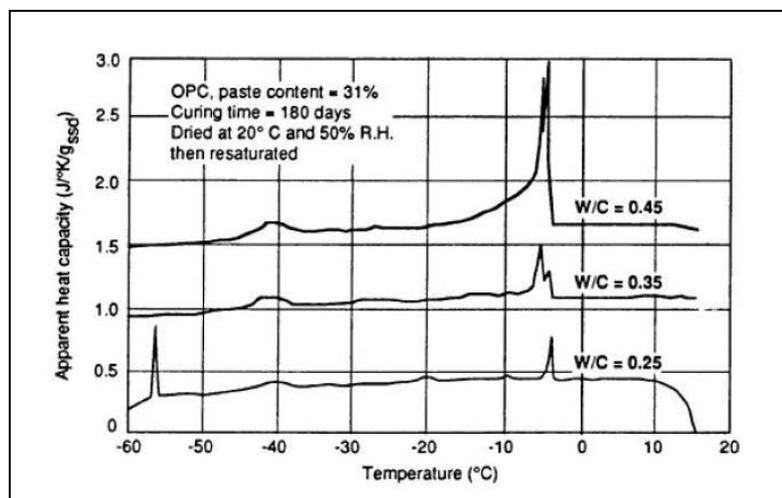


Figure 11 : Influence du rapport E/C sur la formation de glace (Marchand, 1993)

Influence du rapport E/C

On remarque que la quantité de glace formée est fonction du rapport E/C : elle diminue avec le rapport E/C. Cependant pour un rapport E/C = 0,25, moins de 10% de toute l'eau évaporable est gelable à -20°C (Figure 11).

Influence de l'état de saturation (Rønning 2001, (Yang et al., 2006a)

Généralement un béton sec possède un très bon comportement face aux cycles thermiques. En effet, la destruction du béton est engendrée par des désordres thermodynamiques qui sont eux-mêmes provoqués par l'eau. En effet, le degré de saturation en eau d'une pâte de ciment conditionne sa tenue au gel : il s'agit du concept du « degré de saturation » énoncé par Maso (Maso, 1967).

Ainsi :

- Les risques de destruction sont très peu probables quelle que soit la composition du béton en absence de l'eau. Par expérience, si le taux de refroidissement est suffisamment lent, le degré de saturation critique est voisin de 0,90. Au dessus de celui-ci, il se produit une forte expansion lors du gel. (Figure 12 et (Ramachandran et al., 1981)).

- Le degré de saturation critique est plus élevé dans les pâtes à air entraîné,
- Pour les pâtes ayant un degré de saturation inférieur à environ 90% (sans air entraîné), les vides constituent un volume tampon dans lequel la glace pourra se former sans exercer de contrainte interne (Figure 12)

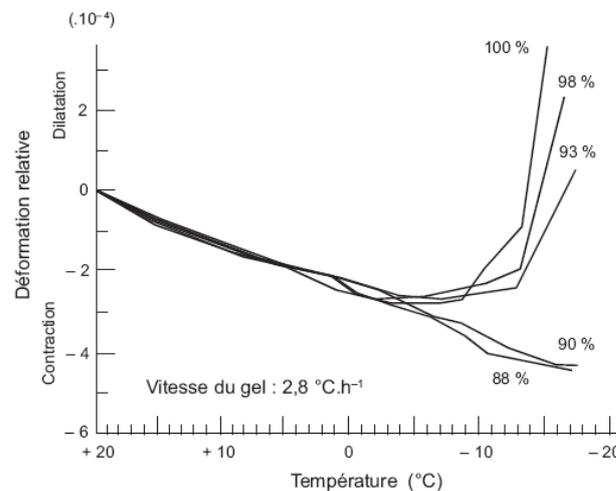


Figure 12 : Influence du degré de saturation d'un mortier (rapport E/C = 0.6) sur son comportement dimensionnel au cours du gel (Ramachandran et al., 1981)

Rôle de l'entraîneur d'air

Parallèlement à l'influence du degré de saturation, la présence de bulles d'air joue un rôle « protecteur ». Les bulles d'air entraîné offrent des interfaces gazeuses (vases d'expansion) permettant à la phase liquide en mouvement de s'y accumuler ou d'y geler sans créer de dommage. Pour protéger la pâte, les bulles d'air doivent être suffisamment rapprochées pour faire en sorte que les contraintes internes générées par le gel soient inférieures à la capacité ultime de la pâte. On peut moduler l'espacement des bulles d'air en variant le volume d'air entraîné dans le béton (Kosmatra et al., 2004).

En conclusion, deux facteurs sont influents sur la fissuration interne pour des bétons sans air entraîné :

- La sévérité des cycles de gel-dégel : la vitesse de refroidissement lors de la phase de gel conditionne la quantité de glace formée et la température minimale atteinte a une incidence sur la taille des pores affectés.
- Le degré de saturation : le degré de saturation de la porosité capillaire gouverne la résistance à la fissuration des bétons et notamment les paramètres de formulation (quantité d'eau initialement introduite dans le matériau).

L'écaillage

L'écaillage se produit principalement lorsque le béton est en contact avec des sels fondants et exposés à des cycles de gel-dégel. L'écaillage se manifeste par le détachement progressif de petits fragments de pâte ou de mortier. La surface n'est endommagée que sur quelques millimètres. C'est donc, un endommagement superficiel. Il s'agit *initialement* d'une altération esthétique de l'ouvrage,

mais qui augmente sensiblement la perméabilité de surface et réduit l'épaisseur de recouvrement des aciers. L'écaillage favorise l'intrusion de substances nocives (chlorure, etc.) au sein du matériau et augmente le risque de corrosion des armatures. Ce phénomène est accentué par l'emploi et la présence de sels de déverglaçage qui se diffusent dans les capillaires du béton.

En effet, la présence de sels fondants modifie la formation de glace dans la solution de surface et en milieu confiné. De nombreuses études (Marchand et al., 1996a; Sellevold and Farstad, 1991; Verbeck and Klieger, 1957; Zaman et al., 1982) ont démontré que quelle que soit la nature chimique du sel utilisé, l'écaillage est plus important pour les faibles concentrations en sel.

La dégradation par écaillage est inexistante lorsque l'exposition au gel-dégel se fait en l'absence de sels fondants. A l'heure actuelle, il n'existe pas de modèle susceptible d'expliquer le mode de destruction des surfaces de béton soumises à l'action combinée du gel et des sels fondants.

Ce mécanisme n'est donc pas celui qui sera mis en jeu lors d'un traitement thermique froid pour détacher le mortier accolé, l'association sels de déverglaçage et cycles de gel n'est pas envisageable.

A.4.2.2 Traitement basse température pour la séparation du mortier accolé

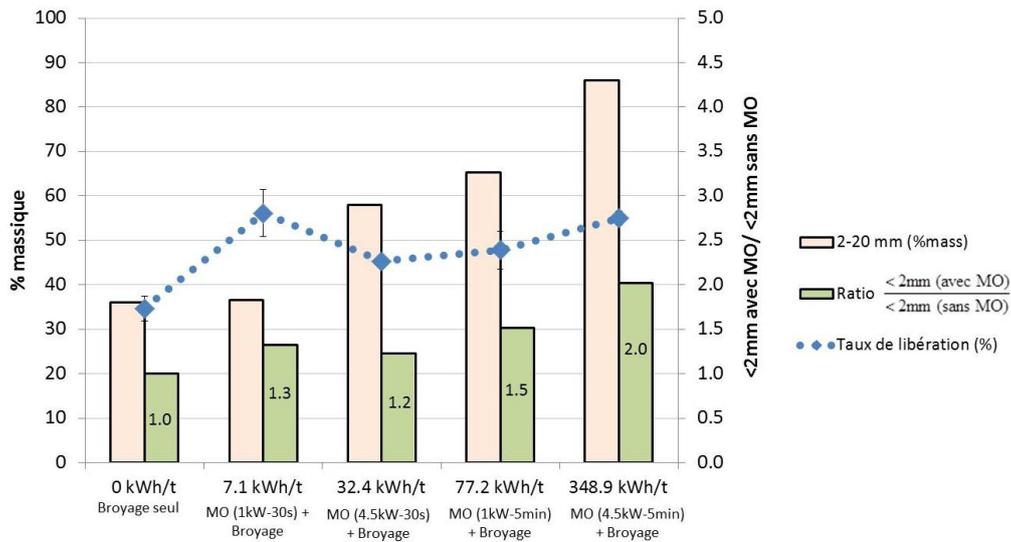
Pour obtenir la séparation de la pâte de mortier et des granulats, il est possible d'avoir recours à un traitement thermique froid, un traitement par cycle gel-dégel. Les GRB sont tout d'abord saturés en eau avant d'être refroidis à -20°C. Il faut procéder à plusieurs cycles de gel-dégel pour obtenir un résultat exploitable. Peu d'étude propose ce traitement pour séparer le mortier du granulats parent.

Ce traitement pourrait permettre une séparation quasi-complète des granulats et de la pâte lorsque l'on multiplie les cycles de gel-dégel. Le principal inconvénient de ce traitement réside ainsi dans sa durée qui peut atteindre plusieurs semaines.(Gokce et al., 2004)

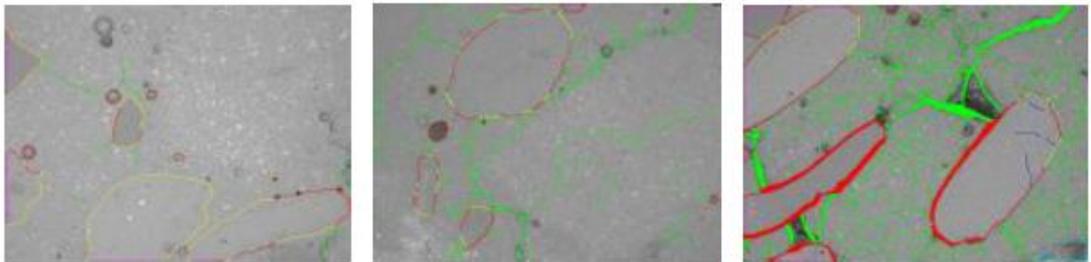
A.5 Traitement par micro-onde

L'ANR COFRAGE dont la fiche synthétique des résultats est jointe en annexe a conduit aux conclusions et perspectives suivantes :

Un prétraitement par chauffage avec des micro-ondes permet une nette amélioration de la recyclabilité des bétons après fragmentation et ce, même à faible énergie de traitement (quelques kWh/t). Des résultats similaires ont été observés avec l'utilisation de la puissance électrique pulsée. La conception des schémas de procédé intégrera ces éléments. La performance environnementale de ces nouveaux schémas de procédé de recyclage et des filières associées sera évaluée via une analyse de cycle de vie.



Observation (x 40) de la texture d'une matrice béton



Absence de traitement

Traitement modéré,
quelques kWh/tTraitement intensif, plusieurs
centaines de kWh/t

Le traitement par micro-ondes se base sur un chauffage des granulats de béton recyclé. Contrairement aux principes classiques de traitement thermique chauds basés sur des phénomènes de convection, conduction ou rayonnement, dans le cas des chauffages par micro-ondes, les propriétés électromagnétiques des objets chauffés ont une influence majeure sur l'élévation locale de la température. Cette influence peut ainsi être modifiée par augmentation du niveau de saturation en eau du matériau. Du fait de la différence de sensibilité aux ondes entre le mortier et le granulat naturel, les contraintes thermiques seront principalement générées à l'interface pâte granulat ainsi que dans le mortier et conduiront à un détachement du mortier adhérent des granulats naturels. Le principal avantage de ce traitement est faible risque de dégradation des granulats naturels en raison de températures plus basses et de la durée du traitement par rapport à un traitement par chauffage conventionnel.

A.5.1 Principes physiques mis en jeu

A.5.1.1 Dilatation différentielle entre les composants de GR

Les ondes électromagnétiques permettent le réchauffement interne différentiel des différents composants des granulats recyclés : granulat naturel, pâte de ciment, et sable. Ce réchauffement a pour conséquence de produire des dilations différentielles entre les différentes phases du granulat recyclé ce qui crée des contraintes (Menard et al., 2013) et peut ainsi aboutir à la fissuration de la pâtes de ciment.

A.5.1.2 Pression d'eau dans les pores.

Les micro-ondes ont pour principal effet d'augmenter la température de l'eau présente dans les pores jusqu'à sa transformation en vapeur d'eau. Cette transformation est à l'origine d'une augmentation de pressions internes générant des contraintes au sein même du matériau et plus particulièrement au niveau de la zone de transition interfaciale, l'interface pâte – granulat . La fragilisation de cette interface permet alors de faciliter le détachement de la pâte de ciment du granulat parent.

A.5.2 Efficacité du traitement

A.5.2.1 Influence de la taille des granulats recyclés

Les études réalisées par (Menard et al., 2013) ont permis aussi de montrer l'influence des micro-ondes sur différentes tailles et types de granulats recyclés. L'évaluation de l'efficacité de la méthode est réalisée par tri visuel des granulats après traitement mécaniques et/ou traitement par micro-ondes. Le degré de libération des granulats est défini comme étant le rapport de la masse de granulats totalement libérés à la masse totale de granulats traités. Un granulat est considéré comme totalement libéré s'il n'est plus possible de détecter visuellement de la pâte de ciment sur le granulat étudié. ((Tomas et al., 1999). Le traitement par micro-ondes se montre plus efficace pour les granulats grossiers que pour les granulats plus fins : de l'ordre de 19% de libération pour des granulats fins à plus de 71% pour des granulats grossiers avec un protocole de traitement identique.

A.5.2.2 Influence du béton initial

Comme pour l'ensemble des procédés, avec un traitement par micro-ondes, plus le béton initial est résistant, plus le degré de libération est faible. La nature minéralogique des granulats du béton parent influence également l'efficacité de cette méthode. Il est ainsi montré que l'utilisation de granulats silico-calcaires est moins favorable à un traitement par micro-ondes. En effet, les réactions chimiques spécifiques entre les granulats et la pâte de ciment au sein de l'ITZ affectent la réactivité des granulats recyclés soumis à des micro-ondes. ((Tasong et al., 1999)

A.5.2.3 Durée et puissance du traitement : énergie appliquée

La durée du traitement varie de quelques secondes à quelques minutes selon la puissance du générateur. La quantité d'énergie transmise aux granulats recyclés à travers les ondes électromagnétiques est à la fois liée à la puissance du générateur de micro-ondes et à la durée du traitement. Cette énergie a un impact direct sur le degré de libération des granulats recyclés. Les essais et les résultats proposés par Lotfi et al. (2004) montrent qu'il aurait été préférable d'avoir un four à micro-ondes pouvant fournir une puissance de 3 kW.

A.5.2.4 Pré et post-traitement

Un pré-traitement de saturation des granulats peut permettre d'améliorer l'efficacité du procédé par micro-ondes. Lorsque les granulats de béton recyclé sont immergés quelques minutes dans de l'eau, le mortier absorbe plus d'eau que granulat. Cette différence de teneur en eau induit un chauffage plus intense lorsque le matériau sera soumis à des micro-ondes. Un essai a été réalisé avec 2 kg de granulats de béton recyclé traité 1 minute avec un générateur de micro-ondes de 10 kW. Lorsque les gravats ont été initialement saturés en eau, l'efficacité attendu est plus élevée et la teneur en mortier a été réduite de 47% à 24%. L'efficacité du traitement peut à nouveauté être augmentée en répétant le processus (Akbarnezhad and Ong, 2013).

L'utilisation d'un courant diélectrique avant le traitement par micro-ondes permet d'augmenter les forces dues au réchauffement différentiel dans le granulats et donc améliore les résultats obtenus avec un simple traitement par micro-ondes. (Menard et al., 2013)(Tsujino et al., 2008)

Le traitement par micro-ondes peut être combiné à un post-traitement mécanique. En effet, il est possible d'obtenir des granulats recyclés de meilleure qualité, c'est-à-dire présentant une quantité de mortier accolé plus faible, lorsque de le traitement micro-ondes est suivi d'un traitement mécanique tel que montré en Figure 13 (Akbarnezhad and Ong, 2013) (Lippiatt and Bourgeois, 2012)

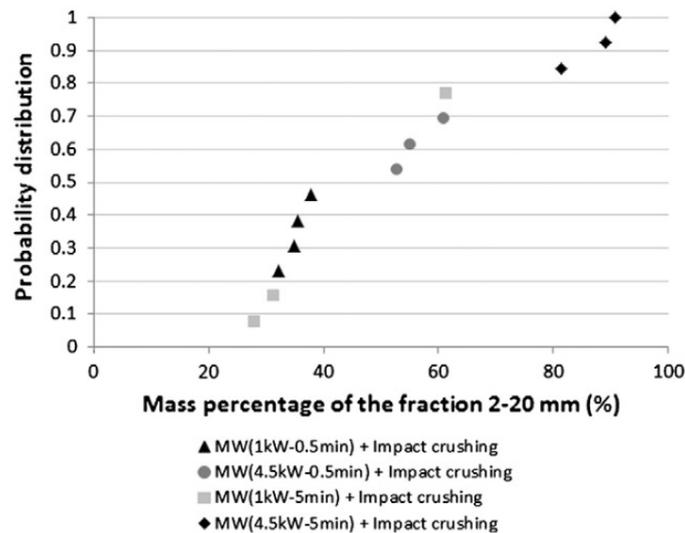


Figure 13 - Probabilité de distribution de libération en fonction du temps d'exposition et des fractions étudiées (Menard et al., 2013)

A.6 Traitement chimique

A.6.1 Principe : Résistance des bétons aux attaques chimiques

Bien que dépendante de la nature minéralogique des granulats, la pâte et le granulats offrent des sensibilités différentes vis-à-vis des attaques acides et des réactions acido-basiques. De ce fait, la séparation des constituants d'un GRB peut être envisagée par traitement chimique, par attaque acide.

Ces traitements acides consistent, dans un premier temps, à immerger le matériau dans une solution acide plus ou moins diluée pendant une durée pouvant atteindre 24h. Les granulats sont ensuite lavés à l'eau afin de séparer les granulats naturels de la pâte dégradée et de les débarrasser de l'acide résiduel avant d'être récupérés par tamisage.

A.6.2 Efficacité de la méthode et paramètres d'influence

L'efficacité de cette méthode de traitement à l'acide est à la fois dépendante

- du matériau à traiter (porosité du mortier, nature des granulats),
- de la solution acide (type, concentration, volume mis en œuvre). L'acide choisi pour le traitement doit permettre la dégradation de la matrice cimentaire tout en étant inoffensif pour les granulats naturels. Les acides les plus efficaces, sulfurique H_2SO_4 et chlorhydrique et

HCl, ne peuvent pas être utilisés avec des granulats calcaires, solubles dans ces deux acides, mais permettent le traitement des gravats contenant des granulats siliceux ou granitiques. En revanche, ces granulats ne peuvent pas être traités à l'acide fluorhydrique (HF) qui engendrerait la dissolution de leurs principaux constituants (quartz, feldspath, mica) (Akbarnezhad and Ong, 2013). L'efficacité du traitement augmente également avec la concentration de l'acide ainsi qu'avec le rapport volumique acide/matériau avant d'atteindre un plateau, quand l'acide est en excès. Les granulats calcaires sont insolubles dans l'acide salicylique alors que la matrice cimentaire y est pour partie soluble (C_2S , C_3S , $Ca(OH)_2$, CSH, ettringite). Ainsi, en plongeant les granulats recyclés dans un réservoir rempli d'acide salicylique, l'acide attaquerait la pâte de ciment en laissant intacte le granulats naturel de base.

- des conditions de traitement (volume de matériau à traiter, température, durée de traitement, traitement statique et dynamique). L'application dynamique du traitement ou/et l'ajout d'une étape de lavage supplémentaire permettent d'augmenter la séparation pâte/grulats. Ces deux actions permettent de faciliter le déplacement du front de dégradation vers les parties non dégradées du granulats et ainsi de mettre en contact la zone saine et l'acide.

Si les conditions optimales sont mise en œuvre (concentration de l'acide élevée, renouvellement de l'acide toutes les 8h, rotation du récipient, étape de lavage), l'efficacité de ce traitement peut atteindre les 100% de mortier séparé.

Dans le cadre de sa récente thèse *Valorisation des sables de béton recyclé pour la fabrication de mortiers*, (Zhao, 2014) a étudié l'impact d'une attaque chimique à l'acide salicylique sur des granulats recyclés de granulométries faibles (<0.2 mm) et sur de faibles quantités de granulats recyclés. La diffraction aux rayons X a été utilisée pour évaluer la variation de mortier accolé sur les échantillons testés et identifier les phases solubles (Tableau 6 et Tableau 7).

Tableau 6 Éléments solubles et insolubles du mortier accolé

Insoluble phases	Soluble phases
C_3A , C_4AF , Gypsum	C_2S , C_3S
Quartz, Dolomite	CaO , $Ca(OH)_2$
Calcite (limestone)	C-S-H
C_3AH_6 , Calcium monosulfoaluminate hydrate	Ettringite

Tableau 7 Pourcentage de masse dissoute dans l'acide salicylique en 1h (%)

	Test 1	Test 2	Test 3	Average value	Standard deviation value
White cement paste	95.46	96.35	94.89	95.57	0.74
Grey cement paste	62.56	63.08	63.33	62.99	0.39
Siliceous sand	0.76	0.86	0.88	0.83	0.06
Calcareous sand	3.42	3.03	3.18	3.21	0.20

Une grande partie de la pâte de ciment accolée a été dissoute dans l'acide alors qu'une très faible quantité de granulats n'a été attaqué par l'acide, les granulats calcaires n'ont perdu qu'environ 3% de leur masse initiale.

A.7 Traitements autres (jet hydraulique, courant électrique, ...)

Différentes méthodes sont mentionnées dans la littérature mais n'ont pas fait l'objet d'études poussées ou d'adaptation à la problématique de la séparation pâte – granulat.

A.7.1 Jet hydraulique

Le jet d'eau haute pression, utilisé pour la découpe de différents matériaux, devrait pouvoir être adaptée à la séparation du mortier et des granulats naturels (Momber, 2004). Les études menées sur les jets d'eau à haute pression concernent dans la plupart des cas le domaine de la mécanique. Ces essais ont été menés pour connaître l'efficacité d'un jet sous pression pour la découpe des matériaux ou bien pour le décapage d'une surface peinte ou bien attaquée par la corrosion.

Dans le domaine du génie civil, le jet d'eau haute pression est à la base des techniques d'hydrodémolition. Ce procédé est utilisé pour dissocier totalement un élément en béton sans détériorer les armatures en acier (figure 4). Avec une pression moins élevée il peut être mise en œuvre pour supprimer des parties de la structure endommagée. Les jets utilisés sont à très hautes pressions (entre 200 et 3000 bars).



Figure 14- Résultat obtenu par hydrodémolition

Les principes physiques mis en jeu dépendent des matériaux traités (Figure 15) :

- Lorsque les matériaux traités sont non poreux, le jet d'eau apporte une quantité d'énergie importante sur une faible surface en générant une contrainte très importante engendrant la destruction ou la découpe du matériau.
- Lorsque les matériaux traités sont poreux (cas de la pâte de ciment), les contraintes générées sont les mêmes que pour les matériaux non poreux mais l'eau projetée va s'enfoncer dans la porosité du matériau. L'eau présente dans les pores mise sous pression va entraîner une destruction du matériau poreux en accélérant le phénomène d'érosion et d'usure du matériau.

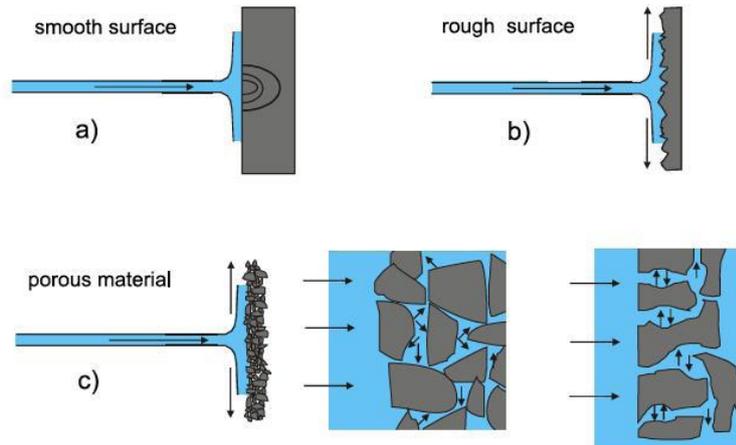


Figure 15: interaction entre l'eau sous pression et le matériau visé ((Homand-Etienne and Houpert, 1989) Kuyumcu & Rolf, 2004)

L'efficacité de ce procédé dépend de l'énergie du jet d'eau au contact du matériau, de la distance entre la buse du jet et le matériau (en influençant la dispersion du jet d'eau). Dans le cas de la découpe d'un matériau, un surplus d'énergie n'est pas préjudiciable en revanche, avec un objectif d'érosion plus globale du matériau il convient d'optimiser les différents paramètres comme le débit, la pression d'eau, ou le diamètre de la buse l'eau afin d'obtenir une dégradation plus superficielle.

A.7.2 Courant électrique

Ce procédé n'a pas pu être étudié car pour cause de confidentialité nous n'avons pas été en mesure de récupérer les résultats de l'ANR Cofrage sur ce sujet.

A.8 Traitements Mixtes

A.8.1 Thermo mécanique haute température

Cette méthode a pour but de combiner les effets d'un traitement thermique et d'un post-traitement mécanique.

Ce procédé consiste à chauffer les granulats recyclés à une température choisie, généralement entre 300°C et 700°C, doit permettre la dégradation de la pâte de ciment tout en préservant les propriétés des granulats. À l'issue du traitement thermique, les granulats sont tout d'abord criblés et les plus gros d'entre eux sont placés dans un cylindre en rotation contenant une charge abrasive sous la forme de bille d'acier. Les résidus obtenus sont alors mis en rotation avec le reste de particules issues du criblage. Ces granulats plus fins constituent alors le matériau à traiter ainsi que la charge abrasive.

Ce traitement thermo-mécanique permet l'obtention granulats mais également du sable propre, (Shima et al 2005) annonce 35% à 45% de gravillons propres, 30% à 35% de sable propres et 18% à 35% de fines après traitement. L'efficacité de la méthode dépend de nombreux paramètres :

- De la température de traitement. La Figure 16 (Shima et al 2005) illustre l'évolution de la densité et de l'absorption du granulat traité obtenu en fonction de la température. En se basant sur l'hypothèse que le granulat naturel présente une densité plus élevée et une absorption plus faible que le mortier, le traitement le plus efficace doit permettre d'obtenir

un optimum de densité et d'absorption des granulat comparables à celles du granulat parent.

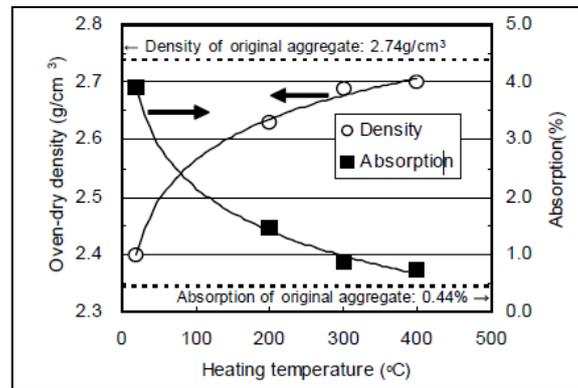


Figure 16 : Influence de la température sur les propriétés des granulats

- des propriétés du béton parent
- de l'intensité du broyage elle-même dépendante de la quantité de matériaux, de la vitesse de rotation du cylindre et de la durée de traitement.

L'augmentation de la durée des traitements, notamment mécanique, permet d'améliorer l'efficacité globale du procédé. Cependant, l'augmentation de la durée de traitement s'accompagne nécessairement d'une augmentation de la consommation énergétique ainsi que d'une évolution du squelette granulaire du matériau traité obtenu.

A.8.2 Thermo mécanique basse température

Ce traitement combine deux méthodes : la dégradation de la matrice cimentaire par l'exposition à des cycles de gel/dégel et la séparation mécanique du mortier. Du fait de la durée potentiellement élevée de ce procédé, il n'a pas fait l'objet d'étude spécifique.

A.8.3 Thermo-chimique froid

Le procédé de traitement thermo-chimique combine deux effets : la dégradation chimique des granulats de béton recyclé par exposition à une solution de sulfate de sodium (Na_2SO_4) combiné à la séparation du mortier par des cycles de gel/dégel (contraintes thermiques). Bien qu'il soit possible de séparer la quasi-totalité des granulats du béton recyclé, l'efficacité de ce traitement est dépendant de sa durée, à minima 7 jours, limitant ainsi son développement à échelle industrielle. En revanche, comme les traitements acides, ce procédé peut être utilisé comme essai de référence pour la détermination de la quantité de mortier sous réserve d'une préservation des granulats.

A.8.4 Mécano-chimique

Il est également possible de traiter les gravats de béton en combinant les effets d'une attaque acide à ceux d'un traitement mécanique. Ce procédé consiste à immerger le béton concassé dans une solution acide et d'avoir ensuite recours à un traitement mécanique type Los Angeles. Ce type de traitement de courte durée être utilisé comme prétraitement afin d'éliminer les particules les plus grossière. L'acide mis en œuvre doit être choisi en considérant de la nature des granulats naturels parents afin d'en éviter la dégradation.

A.9 Évaluation et amélioration de l'efficacité des méthodes

A.9.1 Comment évaluer l'efficacité des méthodes de séparation ?

Avant de choisir les procédés efficaces pour le traitement des granulats recyclés, l'efficacité elle-même doit être définie. Non seulement le terme « mortier accolé » et sa composition ne sont pas toujours clairement définis dans la littérature mais l'évaluation de la performance des procédés pour nettoyer le granulat naturel ne se basent pas sur les mêmes résultats : parfois c'est le critère perte de masse qui est étudié, parfois l'évolution des propriétés physiques.

Dans la majorité des cas, l'objectif des études est de déterminer la quantité de mortier. Ainsi, un contrôle de la qualité du granulat nettoyé n'est pas souvent proposé. Tout d'abord il est nécessaire de déterminer la taille du grain qui est considéré comme sélectif en ce qui concerne la séparation finale souvent réalisée par tamisage. Le mortier parent est constitué de la matrice de ciment et des granulats fins parents (sable). Quelle taille est considérée comme maximale pour les granulats qui constituent le mortier primaire? L'analyse des résultats dépend de ce choix: plus la taille du tamis est, plus la perte de masse mesurée sera augmentée et le processus pourrait être décrit comme très efficace.

De plus, une perte de masse élevée peut être attribuée au mortier endommagé et à sa séparation des granulats parents, mais aussi à l'endommagement des granulats parents tel que confirmé par Yoda et al. 2003, dans le cas du procédé mécanique, ou par (Homand-Etienne and Houpert, 1989) et (Zhao, 2014), pour un traitement thermique à haute température ($> 600^{\circ}\text{C}$) ou dans le cas d'un traitement acide.

Ainsi, l'efficacité des processus ne peut pas être analysée par le seul critère de « perte de masse ». Une vérification des propriétés des granulats après le traitement est nécessaire. Ainsi, Akbarnezhad indique que la perte de masse n'est pas systématiquement corrélée à la masse volumique ou à l'absorption, dans le cas du traitement thermique (Akbarnezhad and Ong, 2013). Sans la connaissance des propriétés initiales des granulats parents, l'efficacité ne peut pas être définitivement discutée. Cependant Akbarnezhad obtient des valeurs de masses volumiques des granulats après traitement (avec un maximum de $2,44\text{ g/cm}^3$), inférieures à celles obtenues habituellement pour un granulat naturel ($> 2,5\text{ g/cm}^3$), ce qui permet de conclure que le traitement ne nettoie pas totalement le granulat.

Cependant, même une mesure des masses volumiques et coefficient d'absorption après traitement ne sont pas garants d'une juste évaluation de l'efficacité des procédés car cette mesure est effectuée sur un prélèvement d'échantillon (minimum 50 g) et dépend fortement de la composition de ce prélèvement : on peut retrouver un mélange de granulats nettoyés propres et de pâte de ciment détachée mais non broyée et donc présente dans l'échantillon. Dans ce cas, cette mesure sous-estimerait l'efficacité du traitement. C'est pourquoi d'autres méthodes telles que le tri visuel proposé par Tomas ont leur intérêt. Pour chaque fraction (supérieure à 2mm) (Tomas et al., 1999), définit un tri visuel effectué entre :

- Granulats totalement libérés
- Granulats non-totalement libérés



Figure 17 Principe du tri visuel

Le comptage d'éléments totalement libérés conduit au calcul du degré de libération (total) des GR, déterminant l'efficacité du traitement.

De la même façon, il est difficile d'établir une comparaison entre les valeurs des teneurs en mortier rapportées dans la littérature parce que les procédures expérimentales utilisées pour déterminer, et la plupart du temps leurs limites, ne sont pas toujours détaillées.

Pour toutes ces raisons les teneurs moyennes en mortier des GRB rapportées dans la littérature présentent une grande dispersion (Li, 2008), (Akbarnezhad and Ong, 2013).

A.9.2 Estimation de la quantité de mortier résiduel

Ainsi de nombreux auteurs ont cherché à estimer la quantité de mortier primaire présent, accolé ou non au granulats parents. Les méthodes envisagées pour estimer la quantité de mortier sont de différentes natures et basées sur 2 approches :

- Méthodes destructives similaires à celles décrites précédemment dans ce rapport:
 - Chimiques, par attaque acide
 - Thermiques, par réalisation de cycles gel-dégel ou de montée en température élevée avec une trempe post traitement
 - Physiques, par impulsion électriques, ou sonores (micro-ondes)
 - Mécaniques par abrasion ou usure
- Méthodes non destructives sans objectif de séparation mortier primaire- granulats
 - Analyse d'image (différentiation de couleur ou de teinte)
 - Analyse indirecte : corrélation avec des mesures de porosité ou de masse volumiques

Peu d'études analysent la fiabilité de ces méthodes (rendement et comparaison avec les valeurs de masses volumiques des granulats parents par exemple). Leurs inconvénients sont parfois indiqués (coût, détérioration du granulats parents, passage à l'échelle industrielle,...). Les méthodes mécaniques seules sont peu étudiées. Il convient donc de rester prudent sur les valeurs obtenues.

Les valeurs moyennes et écart types calculés à partir des données de la littérature (Tableau 9) ainsi que la dispersion des valeurs représentée Figure 18 et Tableau 8, montrent la difficulté de donner une valeur moyenne de teneur en mortier pour les granulats grossiers, soit du fait de sa variation

d'un lot à l'autre, soit du fait du manque de fiabilité de la méthode. Cependant il peut être noté que les granulats fins (sables) présentent des teneurs en mortier plus élevées (10 à 15% de plus) lorsque l'analyse est faite sur un même prélèvement.

Tableau 8: Estimation des teneurs en mortiers

Particularité du granulat	sable	gravillon	gravier
Valeurs Moyennes/ Ecart type	29,18 / 15,31	35,87 / 18,42	31,55 / 12,29

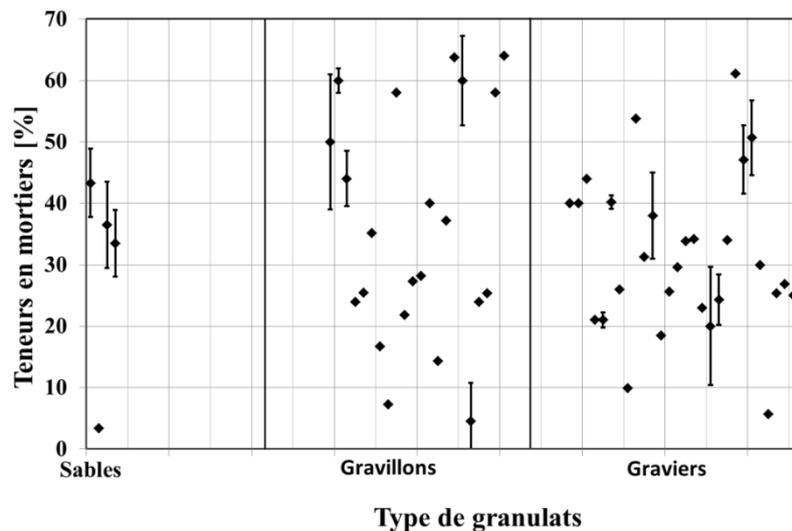


Figure 18 : Teneurs en mortiers

Certains auteurs se sont attachés à estimer par calcul la teneur en mortier lorsque la composition du béton primaire est connu. Ainsi Dao propose le modèle suivant (Dao, 2012)

$$\text{Anat}_{\text{RCA}} = \frac{(\rho_{\text{RCA}} - \rho_{\text{parentC}}) + (\rho_{\text{parentA}} - \rho_{\text{RCA}}) \times \text{Anat}_{\text{parentC}}}{\rho_{\text{parentA}} - \rho_{\text{parentC}}}$$

Equation 1

avec:

- Anat_{RAC} = volumétrique proportion de granulats naturels dans le RAC;
- $\text{Anat}_{\text{parentC}}$ = volumétrique proportion de granulats naturels issus de la composition

Cette approche simplifiée estime que les proportions relatives de pâte et d'agrégat peuvent évoluer entre le béton primaire et le granulat de béton recyclé sans modifier la taille des agrégats primaires. Cela suppose que les méthodes employées n'endommagent pas les granulats parents.

Sans connaissance de la composition du béton primaire, une estimation de la masse volumique du «mortier attaché» peut être faite en faisant des hypothèses sur sa composition. Ces hypothèses peuvent induire des résultats biaisés. Deodonne propose différentes compositions de mortier mesure leurs masses volumiques ($\rho_d = 1,98 \text{ g/cm}^3$ pour le mortier, $\rho_d = 1,7 \text{ g/cm}^3$ pour les micro-mortier et $\rho_d = 1,93 \text{ g/cm}^3$ pour la pâte de ciment) (Deodonne, Kunwufine, 2015). Hansen, a

confirmé ces valeurs ($\rho_d = 2,65 \text{ g / cm}^3$ pour les granulats naturels vs $1,75 \text{ g / cm}^3$ pour le mortier attaché)(Hansen, 1986).

Enfin, la détermination de l'efficacité ne peut pas se limiter à l'efficacité « technique ». La consommation d'énergie, la production de bruit, le risque pour la santé et la production d'une deuxième génération de déchets doit être pris en compte pour distinguer les procédés globalement efficaces et pour les comparer.

Tableau 9: Estimation des teneurs en mortiers

Particularité du granulat	sable		gravillon		gravier		Méthode employée	Auteurs
	Valeurs [%]	fractions analysées [mm]	Valeurs [%]	fractions analysées [mm]	Valeurs [%]	fractions analysées [mm]		
-	-	-	50	4/8				(Sri Ravindrarajah and Tam, 1985)
			60	4/8	40	8/16		Hansen (International Union of Testing and Research Laboratories for Materials and Structures, 1992)
			44 ± 11	4/8	44 ± 10,5	8/16	Méthode par Na_2SO_4 Méthode d'analyse d'image	(Marta Sanchez de Juan and Pilar Aloejos Gutiérrez, 2004)
			26 et 22	4,75/9,5 et 9,5/12,7	21	12,7/19		(Abbas et al., 2009)
			30 et 21		21			
			35,2 pour L-g 16,7 pour M-g 7,3 pour H-g	5/10	40,2 pour L-g 26,0 pour M-g 9,9 pour H-g	10/20	Méthode par acide chlorhydrique	(% v/v) Yagishita et al dans (International RILEM Symposium on Demolition and Reuse of Concrete and Masonry et al., 1994)
			-	-	52,3 à 55 pour le niveau 1 30,2 à 32,4 pour le niveau 3	5/20	Méthode par acide chlorhydrique	(Nagataki et al., 2004)
GR (E/C =0,4)			58	4/8	38	8/16	Inconnu	(Torben and Hendriks, 1983)
GR			21,8		18,5			
GR (E/C =0,7)			27,3		25,6			
GR (E/C =1,2)			28,2		29,6			

-	33 à 55. 43,33 ± 5,53	0/4			23 à 44. 33,86 ± 7,03	8/16	Méthode thermique	(de Juan and Gutiérrez, 2009)
					23 (MA) 34,2 (OV)	4/20	Inconnu	(López-Gayarre et al., 2009)
			≈ 40	4/10	20	10/25	Inconnu	(Etxeberria et al., 2007)
98,2 % de GR et 1,8% d'impuretés			14,30	5/10	24,30	10/20	Méthode par acide chlorhydrique	(Zhen Hua Duan and Chi Sun Poon, 2014)
96,05 % de GR et 3,95% d'impuretés			37,20		34			
99 % de GR et 1% d'impuretés			63,80		61,10			
			-	-	47,10 ± 9,62			(Gokce et al., 2004)
					50,67 ± 4,11	-	Méthode thermique	(Butler et al., 2013)
			40	8/16	25-35	16/32	Mesure indirecte	(Hansen, 1986)
			58-64	4/8				30
			60					
	3,40	2,5/5	4,50	5/10	5,70	10/20	Méthode par acide chlorhydrique	(Seo and Choi, 2014)
Sur un ensemble de 6 GR différents	36,5 ± 6,99	0/4	24 ± 7,28	6/11	25,33 ± 5,56	11/20	détermination à partir de la porosité accessible à l'eau	(Dao, 2012)
	33,5 ± 5,44		25,33 ± 6,26		26,83 ± 6,12		mesures d'absorption et de masse volumique	(Dao, 2012)
Valeurs Moyennes/ Ecart type	29,18 / 15,31		35,87 / 18,42		31,55 / 12,29		-	-

L-g correspond à la valeur obtenue sur les granulats recyclés broyés en utilisant un concasseur à percussion

M-g correspond à la valeur obtenue sur les granulats L-G en utilisant un rouleau broyeur

H-g correspond à la valeur obtenue sur les granulats M-g en utilisant un rouleau broyeur

A.9.3 Amélioration de la séparation et du tri final après détachement

Dans le cadre du PN Recybeton, une étude intitulée « Technologie de tri sélectif des granulats béton concassé et détection en continu de la présence d'éléments indésirables dans les granulats recyclés » a été réalisée par Le Guen.

Ces technologies de tris pourraient être envisagées en fin de post-traitement pour les granulats recyclés traités (nettoyés). Ce rapport a conduit aux conclusions suivantes :

L'étude bibliographique a permis de dresser un panel de techniques de tri basées sur des analyses chimiques ou physiques. Ces méthodes peuvent être classifiées selon le vocable suivant : les méthodes de tri optique ; les méthodes de tri densimétrique. Il apparaît que ces techniques peuvent être adaptées au tri des matériaux de construction et de déconstruction. Le bilan des filières industrielles de tri concernant le plastique, les cartons, le métal, les métaux non ferreux, le bois, le textile ainsi que le verre, met en perspective l'intérêt de développer ce type de filière pour les matériaux du BTP. Les premiers travaux de recherche produisent des résultats favorables au développement de certains procédés comme la jig à l'application au tri des C&DW.

Les campagnes expérimentales vont aussi dans ce sens. Ainsi, la campagne concernant la jig à eau, a démontré la capacité de tri de la jig à eau appliqué aux matériaux de type béton, brique et plâtre. L'efficacité de ce procédé de tri est valable aussi bien pour les mélanges binaires que pour les mélanges ternaires. En définitif, le procédé « jig à eau » semble un procédé pertinent pour le tri des matériaux de type béton, brique et plâtre. L'efficacité de tri paraît correcte jusqu'à des niveaux assez faibles de matériaux « indésirables » (environ 10 %).

La seconde campagne expérimentale utilisant le tri optique et le tri par infrarouges proches donne des résultats encourageants pour le développement de techniques à un niveau industriel. En ce qui concerne le capteur optique, la simulation de tri peut clairement différencier ces particules aux particules de béton. En général, la simulation de tri optique des particules humides atteint de meilleurs résultats que le tri à sec, en particulier en ce qui concerne le matériau de type mortier. Les mesures NIR montrent également la faisabilité de distinguer les 6 matériaux (enrobé bitumineux, céramique, verre, brique, plâtre, métal) du matériau béton. En particulier pour le mortier et la céramique, cette technologie peut être une bonne combinaison avec le tri optique.

La troisième campagne a été moins convaincante en terme de résultats. En effet, le prestataire reste assez perplexe à trier avec les rayons X et la technique optique, les matériaux de déconstruction et de construction.

Selon leur avis, même après lavage de ces particules, il restera difficile de faire le tri des particules de béton concassé. En effet, la distinction entre ces particules après lavage n'est pas évidente.

B Étude exploratoire

Cette étude exploratoire a pour objectif de discriminer (sélectionner) les méthodes de séparation à rendement élevé, limitant l'endommagement des granulats parents, et standardisables à l'échelle des sites de traitement industriels. Une méthode d'estimation de la quantité de mortier résiduel et son analyse critique en rapport avec l'évaluation de l'efficacité des procédés de séparation pâte granulat est également présentée en fin de cette partie. Ce travail de discrimination/sélection se découpe en 4 étapes :

- Recherche des procédés à explorer par synthèse critique de la bibliographie, réflexion sur la rentabilité économique et environnementale ainsi que sur la faisabilité du procédé à l'échelle du laboratoire ou du terrain ;
- Faisabilité et définition de protocoles expérimentaux sur les procédés sélectionnés pour être évalués ;
- Réalisation des essais et interprétation ;
- Synthèse des résultats conduisant à la sélection d'un ou de deux procédés dont les paramètres seront par la suite à optimiser

L'analyse de la « rentabilité » énergétique/économique/environnementale sur les protocoles optimisés est présentée en partie D de ce rapport sur les procédés retenus.

B.1 Recherche des procédés à explorer

A l'issue de l'étude bibliographique, une analyse critique des différents procédés a été faite, la synthèse est présentée ci-après. Les procédés étudiés se classent en 6 grandes catégories, rappelées en Figure 19, pouvant être combinée entre elles. L'étude exploratoire se focalise, dans un premier temps, sur les méthodes simples non combinées.



Figure 19 : Procédés de séparation pâte granulats explorés.

B.1.1 Méthodes mécaniques

B.1.1.1 Méthode de séparation du mortier par usure mécanique/abrasion et choc/fragmentation

Les méthodes mécaniques de traitement des gravats de béton sont basées sur la séparation du mortier et des granulats par chocs et/ou par friction liée à leurs différences de propriétés intrinsèques.

Avantages

Des méthodes industrielles permettant de reproduire les conditions d'un essai Micro-Deval ou Los Angeles peuvent être facilement mise en œuvre sur un site de production de granulats recyclés. Les techniques sont similaires à des techniques de concassages. L'utilisation de tambours rotatifs est facilement viable à une échelle industrielle et leur mise en œuvre simple ne nécessite pas de prétraiter les granulats.

Inconvénients

Le temps d'exposition au traitement mécanique dépend des caractéristiques initiales du béton et des granulats. Ces données d'entrée au traitement mécanique ne sont pas toujours connues et ne permettent pas une durée de traitement idéale.

Le traitement mécanique par usure (type essai micro Deval) ne permet pas obligatoirement de détacher tout le mortier accolé au granulats.

Le traitement mécanique par fragmentation/choc (type essai Los Angeles) risque d'endommager le granulats parent quelle que soit la durée d'application.

La granulométrie du granulats parent peut être modifiée dans la mesure où le traitement peut commencer à endommager le granulats en lui-même ce qui peut être nuisible en vue de l'élaboration d'un nouveau béton.

Bilan

Un traitement mécanique permet d'être une première approche en vue d'éliminer le mortier accolé mais cette méthode se heurte à l'absence de connaissance des caractéristiques du béton parent et des granulats initiaux qui influencent la bonne mise en œuvre et l'efficacité du traitement. Tout le mortier accolé ne peut alors pas être détaché du granulats dans son intégralité et le granulats parent peut être endommagé.

Cette technique simple est à étudier pour en déterminer ses limites et son efficacité (proportion de mortier détaché sans endommagement). Il sera cependant envisagé par la suite d'autres techniques d'investigation permettant de détacher et séparer le mortier accolé en complément d'un essai mécanique. Nous retenons pour la phase expérimentale exploratoire l'essai d'usure inspiré d'un essai micro Deval et l'essai de fragmentation inspiré d'un essai Los Angeles.

B.1.1.2 Méthode de séparation du mortier par sablage

Cette méthode a pour objectif d'obtenir la séparation mortier/granulat par projection de sable de dureté importante sur les gravats de béton.

Cette méthode n'a pas fait l'objet d'étude recensée dans la littérature, raison pour laquelle nous l'envisageons dans cette étude. Le bilan avantage/inconvénient ne sera donc dressé qu'à l'issue de l'analyse des résultats (§3.2). Cependant nous pouvons relever dès à présent qu'un des inconvénients de cette technique sera la production d'un déchet secondaire : le sable « pollué » par le mortier détaché et qu'une solution de réutilisation de cette matière devra être envisagée.

B.1.1.3 Méthode de séparation du mortier par jet liquide sous pression

Cette technique, déjà utilisée pour la découpe de différents matériaux, consiste à projeter de l'eau sous forte pression sur les gravats à traiter.

Après étude et analyse des différents documents concernant la méthode de séparation par jet sous pression plusieurs avantages et inconvénients peuvent être relevés.

Avantages

Pas de rejets de produits polluants issus du procédé de sablage, donc pas d'impact négatif sur l'environnement au niveau des pollutions : En utilisant cette méthode on évite l'utilisation de produits chimiques dangereux pour l'environnement. Bien que ce processus utilise de l'eau, on peut penser que l'eau peut être réutilisée après décantation ou filtration puisque seules les capacités mécaniques de l'eau sous pression sont mises à contribution.

Coût relativement faible : Au premier abord, cette méthode ne semble pas nécessiter une quantité d'énergie élevée à l'inverse des méthodes dites thermiques.

Inconvénients

Méthode non exploitée : La méthode de séparation des granulats recyclés de la pâte de ciment par jet d'eau sous pression est une méthode qui n'a pas encore réellement été exploitée ce qui ne permet pas d'avoir un recul suffisant sur son efficacité.

Faisabilité : peu de machines permettent actuellement de mettre en œuvre cette méthode. Soit les jets présentent des pressions faibles et pour un important débit (nettoyeurs hautes pressions) soit les pressions proposées sont très élevées mais dédiées à de très petites surfaces (découpage acier).

Bilan

La pression nécessaire pour la séparation des deux éléments est bien moindre que celle utilisée pour la découpe de béton ou de plaques d'acier mais les surfaces à traiter sont, à l'inverse, beaucoup plus importantes.

La faisabilité de ce procédé sera étudiée par la suite en mettant l'accent sur la détermination des pressions à utiliser ainsi que le matériel nécessaire. Une estimation des énergies et coûts sera faite. Il ne sera pas réalisé d'essais sur cette méthode.

B.1.2 Méthode par attaque chimique

Les méthodes par attaque chimique sont basées sur la décomposition de la matrice cimentaire des bétons en contact avec une solution acide. Le choix de l'acide utilisé doit tenir compte de la nature des granulats parents qui doivent y résister.

Avantages

Efficacité prouvée : Plusieurs études menées auparavant montrent l'efficacité significative de cette méthode. Il faut cependant prendre en compte le fait que les expérimentations ont été réalisées sur de faibles prises d'essais de granulométries très limitée.

Peu d'énergie nécessaire : De par son mode d'action, il s'agit de la méthode qui ne nécessite le moins d'énergie (mécanique, électrique, ...) et qui présente donc un cout énergétique direct faible.

Inconvénients

Utilisation de produits chimiques néfastes pour l'environnement : Cette méthode par attaque chimique nécessite l'utilisation de produits reconnus dangereux pour l'environnement (acide salicylique, acide chlorhydrique). Le contrôle du procédé et le traitement de ce type de substance n'est pas compatible avec l'aspect eco-respectueux de la réutilisation des bétons. De plus, le rinçage indispensable des granulats est également à l'origine de la production de grand volume de solution acide.

Utilisation de produits chimiques dangereux : les acides utilisés peuvent présenter un risque important pour les personnes et nécessite donc des installations industrielles sécurisées et la formation du personnel.

Bilan

La méthode par attaque chimique présente une efficacité prouvée. Pour cette raison nous en étudierons la faisabilité à l'échelle du laboratoire, notamment pour déterminer ses limites en terme d'efficacité (rendement, non détérioration des granulats). Bien que pouvant être considérée comme une référence, cette méthode ne représente pas une solution durable pour l'environnement et sera très difficilement envisageable à l'échelle industrielle.

B.1.3 Méthode thermique à chaud

La méthode par traitement thermique chaud se base sur la dégradation et la perte de résistance de la matrice cimentaire lorsqu'elle est soumise à une température élevée.

Avantages

Efficacité de la méthode : Plusieurs phénomènes physiques permettent de fragiliser la pâte de ciment accolée et ainsi de séparer plus facilement les deux matériaux : la dilatation thermique différentielle (effet mécanique), la dégradation chimique des hydrates (CSH notamment), les transformations allotropiques avec augmentation de volume (silice). Ainsi, selon les températures appliquées et la durée de traitement, l'efficacité de la méthode peut être élevée.

Méthodes industrialisables : Ce procédé peut être facilement mis en œuvre sur un site de production de granulats recyclés (équipement de fours).

Inconvénients

Consommation d'énergie importante : les fours industriels ont des consommations en énergie électrique très importantes. De part les procédés de production de l'énergie, une consommation importante est nécessairement liée à des impacts néfastes sur l'environnement.

Coût élevés : Les coûts liés à ces procédés sont très étroitement liés à leur consommation importante d'énergie.

Bilan

Malgré les problèmes liés à l'importante consommation d'énergie, les connaissances et la maîtrise des phénomènes mis en jeu nous poussent à approfondir cette technique. En effet, les comportements très différents des deux matériaux face à des températures élevées (création de fissures et déshydratation des hydrates) vont faciliter le détachement du ciment accolé du granulats à recycler. Le développement de solutions industrielles spécifiques peut permettre la mise au point d'installations pour un traitement continu d'importants volumes de gravats de béton et donc de limiter la consommation énergétique par effet d'échelle. Cette méthode sera donc étudiée en phase exploratoire afin de tester et d'optimiser les températures et cycles de refroidissement appliqués.

B.1.4 Méthode thermique par refroidissement de granulats saturés

La méthode par traitement thermique froid de granulats saturés consiste à utiliser le changement de phase de l'eau lors de sa transformation en glace et de l'augmentation de volume associée pour dégrader la matrice cimentaire.

Avantages

Simplicité : La méthode demande un simple prétraitement de saturation des granulats en eau (afin de profiter de son augmentation de volume lors de sa transformation en glace) de les refroidir et, éventuellement de poursuivre par un post-traitement mécanique. Le refroidissement des granulats nécessite des températures comprises entre -15°C et -20°C afin de permettre la transformation de l'eau ayant pénétrée dans les porosités de faibles dimension, ce qui est parfaitement réalisable à l'échelle du laboratoire.

Inconvénients

L'industrialisation : A une échelle industrielle, les procédés de refroidissement sont plus complexes à mettre en place que les procédés de chauffage notamment pour de grandes quantités de granulats recyclés et les températures inférieures à -10°C .

Consommation énergétique : La quantité d'énergie permettant de refroidir l'ensemble « granulat + eau présente dans les pores » est importante notamment pour permettre le changement de phase de l'eau. Ceci est à prendre en considération pour l'analyse et l'étude des impacts environnementaux de la méthode.

Bilan

A l'échelle du laboratoire, cette méthode est facilement réalisable car elle ne demande pas de ressource ou matériel particulièrement pointu si ce n'est un appareil capable de refroidir les granulats à la température escomptée (enceinte climatique). Cependant elle semble difficilement applicable à l'échelle industrielle sans une étude environnementale poussée pour déterminer si ce procédé n'engendre pas de trop importantes consommations en énergie. Le rapport entre gain de quantité de mortier décollé et énergie consommé par rapport à un simple traitement mécanique doit être avantageux pour permettre et justifier son industrialisation.

Nous étudierons donc cette méthode en phase exploratoire puis une analyse des coûts énergétiques et environnementaux pour un développement à l'échelle industrielle sera proposée. Nous testerons également les granulats dans différentes conditions hydriques.

B.1.5 Méthode par micro-ondes

Le traitement par micro-onde consiste à soumettre des granulats à un rayonnement micro-ondes afin d'augmenter leur température et ainsi permettre la dégradation de la pâte cimentaire.

Avantages

Simplicité : L'utilisation de micro-ondes peut être un bon moyen de chauffer les granulats recyclés en vue de créer des contraintes interne à l'interface pâte-granulats. Le procédé peut être plus simple industriellement qu'un simple chauffage des granulats par voie classique.

Efficacité : Les résultats du traitement par micro-ondes sur un échantillon connu est bon et permet d'accroître le degré de libération comparativement à un traitement mécanique seul.

Inconvénients

Adaptation aux granulats traités : La quantité d'énergie à induire aux granulats recyclés peut être déduite en fonction des caractéristiques des bétons et des granulats naturels initiaux, mais les déchets de construction sont très hétérogènes et leurs propriétés peuvent donc varier en fonction des régions d'extractions, des années de fabrications, etc.

Sensibilité aux matériaux métalliques : Les déchets de béton peuvent contenir des restes d'armatures en acier qui, certes n'affecteront sûrement pas des magnétrons à micro-ondes industriels (car protégé des effets de réflexion), mais cela peut tout de même affecter les conditions de dissipation des micro-ondes dans les granulats recyclés.

La consommation énergétique : L'utilisation de micro-ondes demande d'utiliser de grandes quantités d'énergie ensuite absorbées par les granulats : 3,0 à 12,0 Wh/t. L'impact environnemental de cette méthode n'est donc pas négligeable et le coût d'installation de tels équipements sur les plateformes de recyclage peut être élevé car il nécessite la prise en compte de mesures de sécurité particulières (risques sanitaire lié aux micro-ondes)

Bilan

Des séries d'expériences sur le sujet ont déjà montré des résultats probants. Le degré de libération des granulats recyclés est plus important avec un traitement par micro-ondes qu'avec un simple traitement mécanique. Cependant la méthode est plus difficile à mettre en œuvre en l'absence de connaissance des propriétés des granulats recyclés traités. En effet les temps d'exposition dépendent de ces mêmes propriétés. De plus, les impuretés comme des morceaux d'armatures métalliques dans les granulats peuvent altérer l'efficacité du traitement. C'est pour cela qu'un pré-traitement est toujours nécessaire afin d'éliminer les impuretés comme principalement le métal, mais également le bois, le plâtre, le carton, le plastique et le papier afin d'augmenter l'efficacité du procédé.

Nous testerons à l'échelle du laboratoire cette méthode avec des micro-ondes de faible puissance (appareil domestique) afin d'étudier les limites « basses » de ce procédé et son efficacité aux faibles

puissances. L'étude micro-onde à forte puissance ne sera pas réalisée. Nous renvoyons ici aux conclusions de l'ANR Coffrage jointe au rapport en annexes.

B.1.6 Méthode par ondes ultra sonores

La méthode par ondes sonores se base sur la différence de comportement vibratoire entre deux matériaux soumis à des ondes sonores pouvant engendrer la fragilisation de l'interface entre eux.

Avantages

Efficacité prouvée : Il a été montré dans la littérature que les granulats obtenus à l'issue de ce traitement contiennent une quantité de mortier résiduelle bien moindre que ceux traités mécaniquement.

Inconvénients

Impact sur l'environnement : Cette méthode nécessite de grande quantité d'énergie, notamment du fait de l'utilisation de générateurs fonctionnant à de très fortes tensions.

Coût important : Cette méthode se révèle très consommatrice d'électricité. Par conséquent son coût de réalisation et de fonctionnement est élevé, notamment pour un usage à l'échelle industrielle.

Impossibilité de réalisation à l'échelle du laboratoire : Les premières expérimentations ont montré que si l'on veut avoir des résultats corrects en termes d'efficacité de séparation de mortier accolé, la tension utile doit être comprise entre 20 et 30 kV et nécessite un équipement est assez complexe (condensateur, interrupteur haute performance, etc.). Un développement à l'échelle industrielle semble donc compromis à ce stade du projet.

Bilan

La méthode de séparation par utilisation des ondes sonores ne répond pas aux critères environnementaux du projet Recybeton et est difficilement expérimentable dans le cadre de ce projet. Cependant, comme pour le procédé micro-ondes, nous testerons à l'échelle du laboratoire cette méthode avec une machine à ultra-sons utilisé habituellement pour nettoyer les tamis. De faible puissance, cet essai permettra d'étudier les limites « basses » de ce procédé et son efficacité aux faibles tensions.

L'étude des procédés « micro ondes » et « électrique » à haute puissance ne sera pas approfondie car ces procédés ont été développés dans l'ANR COFRAGE dont les conclusions sont présentés en première partie. De plus, ces procédés nécessitent pour garantir leur efficacité des puissances élevées non applicables à l'échelle de notre laboratoire.

B.2 Matériaux et méthodes

B.2.1 Matériaux d'étude

B.2.1.1 Granulats recyclés de béton

4 granulats recyclés ont été étudiés. Deux granulats recyclés issus de plateformes industrielles dont ceux fournis par le PN Recybeton (GR4) et deux granulats recyclés « homemade » dont les compositions des bétons primaires sont connues.

Origine	Lieu de production	Désignation	Classe granulaire
Plateforme	Strasbourg, France	GR2	0-20 mm
Plateforme, Recybeton	Gonnesse, France	GR4	4-10 mm & 10-20 mm
Préparé en laboratoire	Strasbourg, France	GR6 « Homemade »	0-20 mm
Préparé en laboratoire	Nancy, France	GR8 « Homemade »	32-64 mm ou 40/80 mm

B.2.1.2 Composition des bétons parents

Tableau 10 : Composition du béton des granulats GR6 et GR8

Composition béton parent [kg/ m ³]	Sable naturel roulé 0/4mm	Gravillon naturel roulé 4/8 mm	Gravier naturel roulé 8/16 mm	Eau totale	Type et Quantité de ciment
GR6	700	100	1000	200	CEM I-52,5 350kg/m ²
GR8	790	1024		200	CEM IIB-32,5R 340 kg/m ²

Tableau 11 Valeurs caractéristiques des granulats parents des bétons des granulats GR6 et GR8

Classe granulaire	Sable	Gravillons	Graviers	
Coefficient absorption %	1,06 ± 0,28	2,03 ± 0,02	1,43 ± 0,06	GR6
Masse volumique réelle après séchage à l'étuve [prd]	2,86 ± 0,21	2,57 ± 0,08	2,58 ± 0,02	GR6
	2,56		2,55	GR8
Masse volumique réelle saturée à surface sèche [pssd]	2,89 ± 0,2	2,62 ± 0,08	2,62 ± 0,01	GR6
Masse volumique absolue [pa]	2,95 ± 0,2	2,71 ± 0,09	2,68 ± 0,01	GR6

B.2.2 Méthodes expérimentales

B.2.2.1 Post traitement : tri et contrôle

À l'issue de chacun des essais décrits ci-après, un tamisage est effectué pour séparer le mortier détaché du granulat nettoyé. Des mesures de perte de masse, de masses volumiques, de coefficient d'absorption ou des observations des granulats sont réalisées à différentes étapes des traitements. Ces mesures sont exploitées pour évaluer l'efficacité des traitements. Lorsque les propriétés du

granulat parent sont connues (GR6, GR8), l'efficacité est évaluée par comparaison des masses volumiques.

Bien que le but de cette étude ne soit pas l'évaluation de la quantité de mortier contenu dans le granulat recyclé, cette estimation sera parfois utilisée comme critère d'efficacité.

B.2.2.2 Traitements mécaniques par usure et choc

La méthode de séparation par usure est basée sur l'essai Micro Deval (EN 1097-1) à sec (adaptation de l'essai) et sous eau. Il vise à user le mortier accolé. Différents temps d'usure ont été appliqués à un prélèvement de granulat recyclé (500 g). Puis les granulats sont passés sous eau au tamis de 63 μm . Après séchage, un tamisage à 1,6 mm est effectué, puis le matériau est à nouveau séché et tamisé à 4 mm. Les essais ont été réalisés sur les granulats GR2, GR4 et GR6 tamisés préalablement aux tamis 4/10 mm et 10/14 mm.

Des essais ont également été réalisés selon la même approche mais avec des essais de choc du type Los Angeles. Seul le temps d'application de 120 minutes a été réalisé. Les mesures de masses volumiques sont ensuite réalisées sur le refus à 63 μm . Il est en effet supposé que tout le mortier détaché sera broyé par le process sur cette durée appliquée. Un tamisage à 1,6mm et 4 mm n'est donc pas pratiqué.

B.2.2.3 Traitement mécanique par sablage

L'échantillon (1 kg, 1,5 kg ou 2 kg) est placé dans un seau métallique fermé par un couvercle muni d'une ouverture permettant le passage de la buse (Figure 20). Le sablage est effectué pendant 30 secondes avec un sable de quartz 0,1/0,5 mm à l'état sec. Environ 300 à 600g de sable (0,1/à 0,5 mm) sont utilisés. Le compresseur (pression 8 bars, puissance 2,2 kW), entraîne le sable dans un flux d'air de 17 m³/h à travers une buse de 10 mm.



Figure 20 Équipement pour le sablage

Ensuite un tamisage à 1,6 mm de l'ensemble (prise d'essais + sable utilisé) est réalisé puis un nouveau sablage sur le refus est effectué. Cette opération est répétée 4 fois par étape de 30 secondes soit 120 secondes d'application au total. Un essai préliminaire de sablage d'une durée de 10 secondes a également été réalisé. Les essais ont été réalisés sur du GR4 4/10 et 10/20 mm. Les caractéristiques de l'équipement et des matériaux de sablage sont données en annexes.

B.2.2.4 Traitement mécanique par jet hydraulique

Ce procédé s'inspire d'une technique utilisée dans le cadre de la réhabilitation des bâtiments : l'hydrodémolition. Ce procédé est utilisé pour détruire totalement un élément en béton sans détériorer les armatures en acier. Avec une pression moins élevée il peut servir en décaper seulement les parties de la structures endommagées par le temps. Les jets utilisés sont à très hautes pressions (entre 200 et 3000 bars).

Dans le cas de la séparation mortier-granulats, une très haute pression n'est pas requise car elle pourrait engendrer la dégradation du granulats. De plus, le mortier ne présentant pas des qualités mécaniques très élevées, une haute pression n'est pas nécessaire.

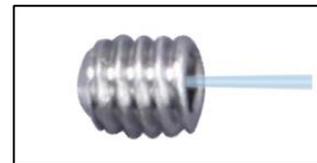
Ci-dessous, une proposition de choix de matériels et équipements.

Cette étude de faisabilité a été réalisée avec l'aide du partenaire industriel HK-Industrie : http://www.aquar.ag/technologie_haute_pression_fr.html.

Pression minimale nécessaire : 750 bars

Equipement :

- tambour rotatif (type bétonnière) avec en son centre une rampe multi jets avec des buses (par ex. forme : style 8, filetage : M4, saphir).



Exemple de buse M4, style 8, saphir

- avec 20 buses de 0,9mm,
- caractéristiques de la pompe pour atteindre la pression minimale nécessaire :
 - 500 kW (en version thermique), 400 kW (en version électrique)
 - 1000 bars
 - 262 l/minute

Traitement des effluents :

Il conviendra de traiter les effluents avec un bac de décantation, puis de réaliser une filtration par filtre presse pour récupérer la boue. On pourra envisager de réutiliser cette eau si elle stockable pour le prochain cycle. Le temps de « nettoyage » est proportionnel à la quantité de granulats traitée et à sa teneur en mortier.

Il est à noter qu'aucun essai par jet hydraulique n'a pu être réalisé dans cette étude ne disposant pas du matériel nécessaire.

B.2.2.5 Traitement par attaque chimique à l'acide chlorhydrique (Guillemain and Ramahandry, 2014)

Cette méthode consiste à séparer le mortier des granulats recyclés par dégradation de la matrice cimentaire à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique dans laquelle les granulats recyclés sont immergés.

Lors de l'essai, la un dégagement gazeux se produit la solution d'acide devient jaune, puis translucide (Figure 21). La solution est neutralisée puis les fines et filler sont éliminés par tamisage

($d < 0,063\text{mm}$) et les granulats sont pesés. Cette manipulation nécessite de prendre des précautions (protection contre les projections éventuelles).



Figure 21 Suivi des essais par attaque chimique

B.2.2.6 Traitements thermiques chaud

Plusieurs combinaisons cycle-thermique/post-traitement ont été réalisées lors de cette campagne d'essais. Le tableau ci-après résume les conditions d'essais des 3 procédés testés. Les figures qui suivent illustrent tout ou partie des procédés.

Tableau 12 : Traitements thermiques chaud

		Expérimentations		
		Procédé 1	Procédé 2	Procédé 3
Température				
	Choc thermique à 500° C	<p>Montée graduelle en température jusqu'à 200°C</p> <hr/> <p>Pour éviter un choc thermique et la fracture des granulats parents. Température suffisante pour exploiter les phénomènes de dilatation thermique différentielle des deux matériaux mais aussi pour endommager les C-S-H responsables de la liaison entre le mortier et les granulats. La portlandite ne sera pas détériorée (500°C) et les C-S-H ne seront pas totalement décomposés (>600°C)</p>	<p>Montée en température par paliers : 105°C, 250°C, 400°C, 500°C, 600°C</p> <hr/> <p>Échantillons placés dans un bac métallique lui-même posé sur une brique réfractaire placée à l'intérieur du four.</p> <hr/> <p>Pour éviter un choc thermique et la fracture des granulats parents. Pour créer une dilatation thermique et décomposer les CSH et endommager la portlandite (500°C).</p>	
Refroidissement	Lentement dans le four pendant 1 heure	20°C à température ambiante.	<p>20°C à température ambiante.</p> <hr/> <p>0°C: dans l'eau et la glace</p> <hr/> <p>À chaque niveau de température, quatre échantillons sont mis dans le four: deux sont refroidis à l'air libre, deux sont refroidis rapidement dans le mélange eau-glace.</p>	
Post traitement		<p>Dans 1 broyeur à boulet 10 min</p> <hr/> <p>Pour séparer la pâte de ciment détachée</p>	<p>Ultrasons: les échantillons sont placés sur un tamis de 6,3 mm dans un bain à ultrasons pendant une période de 10 minutes.</p> <hr/> <p>Pour séparer la pâte de ciment détachée</p>	
GR traités	GR4 10-20 mm 80 à 110 g	GR4 10-20 mm 80 à 110 g	GR8 20-40 mm 20 granulats	



Figure 22 Broyeur à boulet de type Retsch



Figure 23 Refroidissement rapide des échantillons



Figure 24 Traitement par ultra-sons

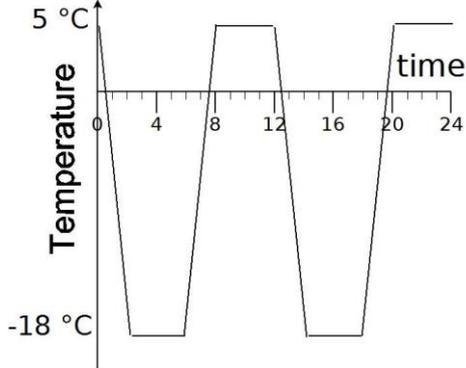


Figure 25 Chauffage au four du procédé 3

B.2.2.7 Traitements thermiques froid

Le principe de la méthode au thermique à froid est de saturer les granulats en eau puis, de les soumettre à une basse température pour que l'augmentation de volume de l'eau lors de sa transformation en glace entraîne une fissuration du mortier. Ce décollement rend le mortier friable. En appliquant ensuite un traitement mécanique « léger » (par exemple malaxeur) le mortier peut être séparé du granulats parent. Plusieurs cycles thermiques et différentes conditions de saturation des granulats ont été testés et sont résumés dans le tableau qui suit.

Tableau 13 : Traitements thermiques froid

Expérimentations		
	Procédé 1	Procédé 2
Absorption - Saturation	<p>Saturation dans l'eau pendant 24 heures</p> <p>Les agrégats sont immergés (recouvert d'au moins 10 mm d'eau) dans de l'eau à pression atmosphérique pendant 24 +/- 1 h dans des boîtes fermées à une température de 20 +/- 5 °C.</p>	<p>Saturation sous vide</p> <p>Elles sont immergées dans l'eau à l'intérieur d'un dessiccateur relié à une pompe à vide.</p> 
Cycle gel-dégel	4 heures à -17,5 +/- 2,5 °C.	<p>cycles 5°C/-18°C</p>  <p>- essai sur 24 heures test soit 2 cycles</p> <p>- essai sur 3 semaines test soit 40 cycles</p>
Post traitement	Le post traitement consiste à placer les granulats après sortie du congélateur et décongélation à température ambiante dans le malaxeur pendant (180 +/- 10) sec. Puis ils sont séchés à l'étuve à 110°C	Après la fin des cycles, les échantillons sont passés au tamis de 1mm et de 0,16 mm. L'état de dégradation des échantillons est alors évalué selon la présence de pâte de ciment récupérée sur le tamis de 0,16 mm et l'état des échantillons récupérés sur le tamis de 1 mm.
GR traités	GR4 4-6.3 mm ; 6.3-8 mm ; 8-20 mm 400 g	GR8 20-40 mm 20 granulats

B.2.2.8 Traitements micro ondes

L'influence de la durée de l'exposition aux micro-ondes sur la quantité de mortier libéré est étudiée en appliquant plusieurs puissances et différents temps d'exposition à 2 fractions de granulats recyclés. Un post traitement mécanique au malaxeur est ensuite appliqué. La détermination du degré de libération est obtenu visuellement tel que précisé dans la méthode de Thomas [13] les fractions 8-10mm et 6.3 – 8mm pour une énergie appliquée en plus des autres contrôles effectués.

Tableau 14 Traitements micro-onde

Fraction	Masse sèche	Temps	Puissance	Énergie induite
	[g]	[s]	[W]	[kWh/t]
6,3/8 mm	75,42	0	700	0,00
	100,63	300	900	745,30
	79,33	600	900	1890,84
8/10 mm	101,4	0	700	0,00
	102,2	300	900	733,86
	103,9	600	900	1443,70

B.2.2.9 Traitements ultrason

La méthode par ultrason étudiée dans la littérature est liée à la création d'ondes de chocs lors de la décharge d'un condensateur. Pour cette expérimentation le matériel suivant serait nécessaire pour l'appareillage électrique :

- Electrodes
- Alimentation (~ 20 000V selon [Muller 2004])
- Système électrique (condensateur, interrupteur à haute performance)

Cependant, faute d'avoir accès au matériel nécessaire à la réalisation de cette méthode (notamment une installation électrique suffisante) il a été choisi d'utiliser un bac à ultrason (voir Figure 26). Il est évident que l'énergie développée par ce type d'onde est moindre mais permet une première approche du problème. La machine à ultrason est remplie d'eau déminéralisée. Les granulats sont placés dans un tamis à l'intérieur de celle-ci. Puis ils sont soumis aux ultra-sons pendant 5 minutes.



Figure 26 Appareillage ultrason (Controlab)

Les granulats sont ensuite séchés à l'étuve pendant 24 h puis tamisés sur le tamis le plus petit de la fraction étudiée. (Élimination du mortier qui est resté dans l'échantillon). Chaque échantillon est ensuite pesé. Les essais ont été réalisés sur 250 à 400g de GR4 sur 3 fractions 4-6.3 mm ; 6.3-8mm ; 8-20mm.

B.2.3 Synthèse

Ci-après des logigrammes récapitulatifs des procédés testés sont présentés Figure 27 Schémas de principe des procédés testés en étude exploratoire.

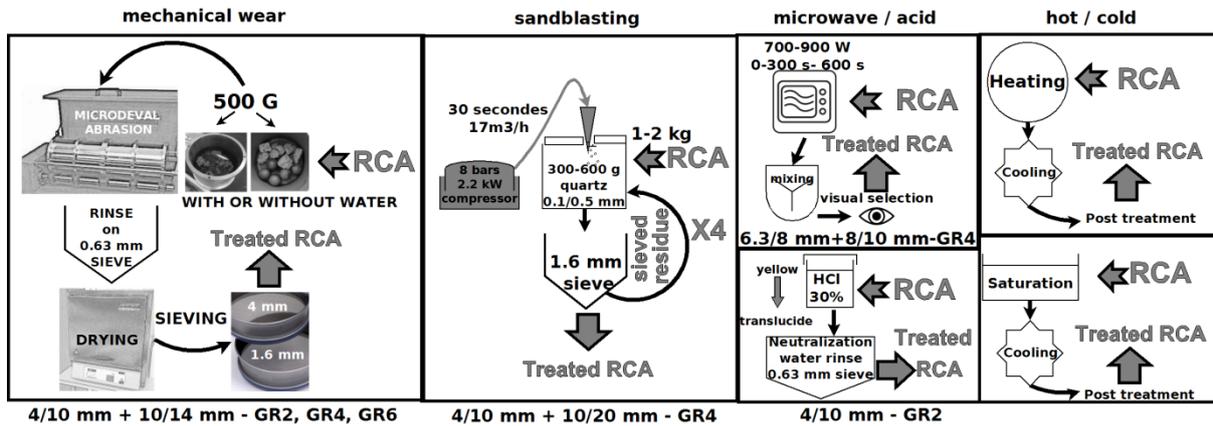


Figure 27 Schémas de principe des procédés testés en étude exploratoire

B.3 Résultats expérimentaux

B.3.1 Usure par essai mécanique : Micro Deval et Los Angeles

Les résultats des essais de détermination de la quantité de mortier accolé à l'aide du protocole d'usure mécanique basé sur l'essai Micro Deval à sec sont présentés ci-après. (Deodonne, Kunwufine, 2015)

Dans une première approche, la proportion massique de mortier accolé est estimée par différence de masse avant et après usure au micro Deval, puis sélection sur tamis, pour les différents temps d'application et les différents refus pour plusieurs lots de granulats. Les résultats présentés sur la Figure 28 conduisent à des taux de teneur en mortier calculés en fonction du temps d'application de l'usure par détermination de la proportion massique des matériaux passant au tamis indiqué.

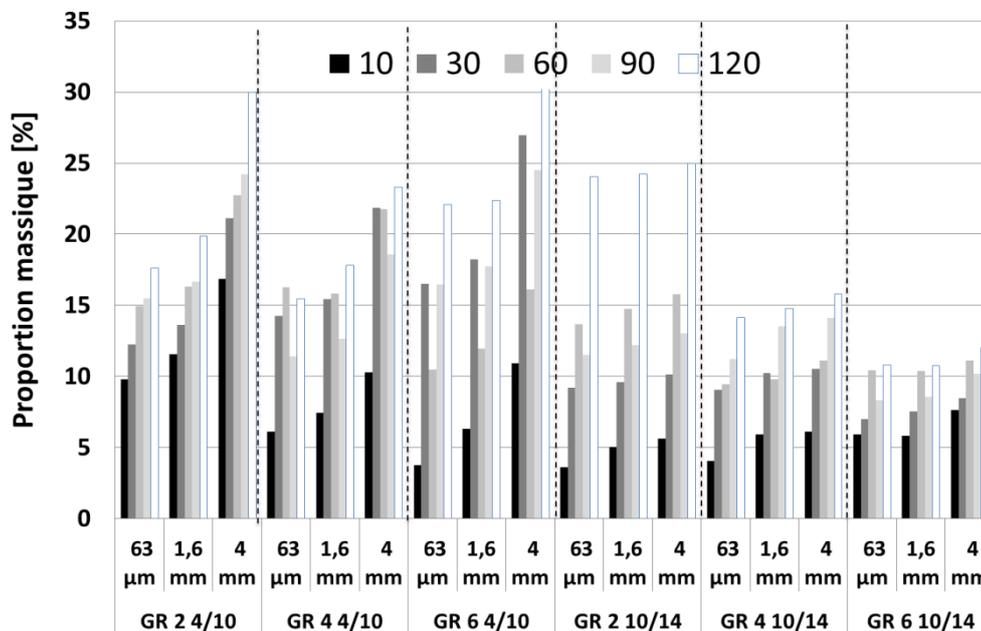


Figure 28 : proportion massique de mortier accolé obtenue par comparaison des pesées

À première vue, le processus semble efficace, car la perte de masse est importante, surtout pour les plus petits granulats (4/10 mm) et avec un temps d'application supérieure à 30 minutes : 10% sur tamis de 1,6 mm. Les résultats confirment que plus la taille du granulats est élevée, plus la teneur en mortier obtenue augmente. Comme on s'y attendait, une augmentation de la durée d'application augmente la perte de masse.

Cependant, en plus d'intégrer une partie du granulats parent primaire usé par le test d'usure, il n'y a aucune garantie que le traitement élimine tout le mortier.

En outre, il est difficile de choisir une taille de tamis sélective pour qualifier le mortier ou pâte de ciment primaire. À ce niveau, la difficulté est d'une part de déterminer le tamis à considérer comme sélectif vis-à-vis du seul granulats parent (notamment pour les sables) et, d'autre part, de fixer le temps d'usure de façon à enlever tout le mortier accolé sans détériorer notablement le granulats d'origine (sa granulométrie).

Enfin, il n'est possible d'accéder qu'aux proportions massiques de matière recueillie sous le tamis, l'accès aux proportions volumiques nécessitant la connaissance des masses volumiques du granulats parent et du mortier accolé ce qui n'est pas possible pour le GR4. Et, même dans le cas où la composition est connue, la composition du mortier recueilli à l'issue du post-traitement est inconnue (proportion de sable). Ainsi, une étude basée sur la détermination de la perte de masse est insuffisante.

Dans le but d'améliorer l'analyse, les masses volumique et coefficients d'absorption ont été déterminés à chaque étape (cf. Tableau 15). L'efficacité de la séparation granulats parent – mortier est contrôlée par comparaison des masses volumiques du granulats traité et du granulats parent lorsque celle-ci est connue (cas du GR6).

Les Figure 29 et Figure 30 illustrent les résultats obtenus pour tous les granulats avec une sélection sur le tamis de 1,6 mm.

Tableau 15 Suivi des masses volumiques et coefficients d'absorption lors du traitement par usure microdeval

Durée d'essai (min)	10			30			60			90			120		
Fraction analysée (mm)	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>
	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4
GR2-4-10 mm															
Q _{rd} G _{Traité} [g/cm ³]	2,34	2,35	2,38	2,38	2,39	2,41	2,38	2,4	2,42	2,41	2,42	2,46	2,3	2,44	2,45
W G _{Traité}	6,01	5,52	5,15	5,10	4,93	4,84	4,87	4,56	4,34	4,52	4,29	4,14	5,88	4,17	4,00
Q _{rd} GR [g/cm ³]	2,32														
WGR	6,5														
GR2-10-14 mm															
Q _{rd} G _{Traité} [g/cm ³]	2,37	2,35	2,36	2,38	2,39	2,43	2,37	2,36	2,36	2,4	2,5	2,49	2,35	2,41	2,45
W G _{Traité}	4,85	4,91	4,84	4,91	4,87	4,45	4,7	4,9	4,81	4,57	4,03	3,77	4,74	4,28	3,6
Q _{rd} GR [g/cm ³]	2,33														
WGR	5,4														
GR4-4-10mm															
Q _{rd} G _{Traité} [g/cm ³]	2,31	2,36	2,36	2,33	2,37	2,42	2,34	2,39	2,4	2,36	2,38	2,4	2,33	2,41	2,42
W G _{Traité}	5,90	5,06	4,74	6,11	5,42	4,71	6,45	4,80	4,68	5,22	4,97	4,67	4,71	4,43	4,14
Q _{rd} GR [g/cm ³]	2,3														
WGR	5,1														
GR4-10-14 mm															
Q _{rd} G _{Traité} [g/cm ³]	2,32	2,31	2,31	2,31	2,32	2,33	2,31	2,33	2,36	2,35	2,36	2,35	2,43	2,43	2,45
W G _{Traité}	4,71	5,84	5,45	5,08	5,46	5,1	5,35	5,19	5,06	3,65	4,81	4,8	4,08	4,06	3,83
Q _{rd} GR [g/cm ³]	2,3														
WGR	5,3														
GR6-4-10 mm															
Q _{rd} G _{Traité} [g/cm ³]	2,25	2,28	2,35	2,35	2,3	2,42	2,36	2,33	2,34	2,33	2,41	2,41	2,31	2,36	2,4
W G _{Traité}	7,27	6,79	6,08	6,47	6,41	5,09	5,39	5,66	5,84	5,27	4,86	4,5	8,4	6,03	5,33
Q _{rd} GR [g/cm ³]	2,23														
WGR	6,9														
Q _{rd} G _{Parent} [g/cm ³]	2,57														
WG _{Parent}	2,03														
GR6-10-14 mm															
Q _{rd} G _{Traité} [g/cm ³]	2,45	2,45	2,49	2,48	2,47	2,49	2,51	2,41	2,41	2,38	2,43	2,47	2,47	2,51	2,5
W G _{Traité}	3,89	3,65	3,55	3,44	3,42	3,37	3,01	4,08	4,41	4,8	3,94	3,85	4,36	3,65	3,23
Q _{rd} GR [g/cm ³]	2,33														
WGR]	5,1														
Q _{rd} G _{Parent} [g/cm ³]	2,58														
WG _{Parent}	1,4														

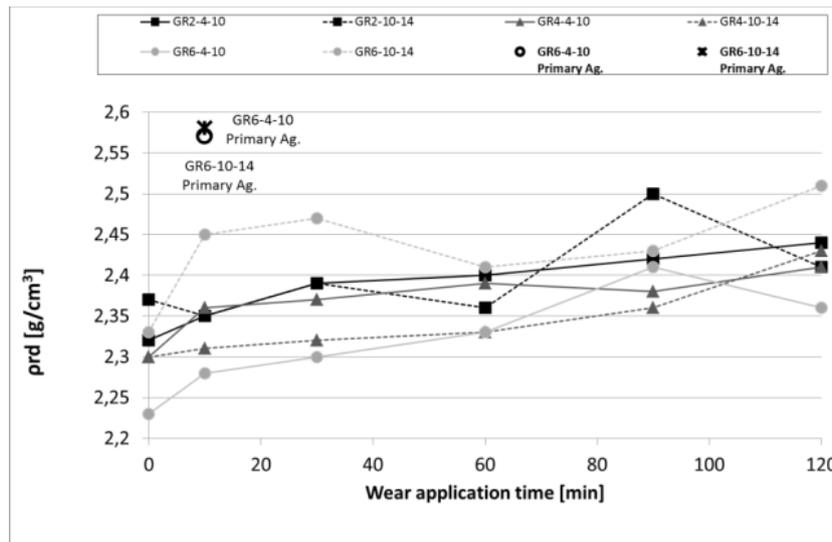


Figure 29 Evolution of effective densities - several wear time

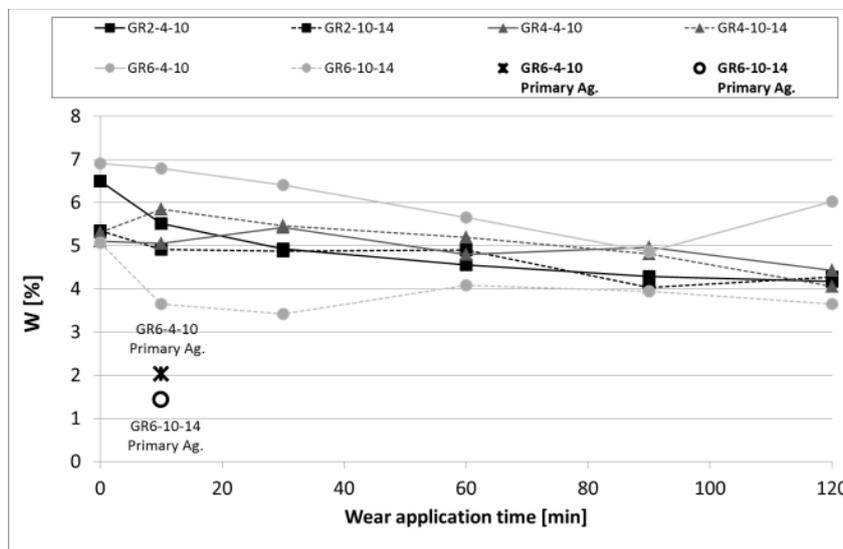


Figure 30 Evolution of absorption coefficient - several wear time

Le granulat est considéré nettoyé lorsque sa masse volumique est proche de celle du granulat parent. Sans connaissance des masses volumiques des granulats parents, il est difficile de valider l'efficacité mais les mesures des coefficients d'absorption indiquent que le traitement n'est pas total puisque les valeurs obtenues restent supérieures à celles habituellement trouvées pour des granulats naturels et on peut estimer qu'un temps d'application minimum de 120 minutes est nécessaire.

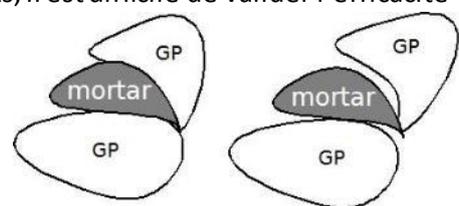


Figure 31 mortier décollé mais non détaché

Cependant on constate visuellement que ce temps d'application conduit à un endommagement du granulat parent, qui pourrait nuire aux propriétés de celui-ci ce qui peut être la cause de la baisse de la masse volumique observée pour les GR2 et GR6. De plus, le mortier peut être décollé mais pas éliminé, ainsi un vide peut être créé entre le mortier et le granulat parent (Figure 31).

L'efficacité de la séparation granulat parent/mortier peut être contrôlée par comparaison des masses volumiques du granulat traité et du granulat parent lorsque celle-ci est connue (cas du GR6). Ces résultats confirment que le traitement n'est pas total mais ils ne permettent pas de sélectionner le tamis pertinent pour différencier le mortier des granulats (différences obtenues pour les tamis de 1,6 mm et 4 mm ne sont pas significatives).

Ainsi, il serait nécessaire pour obtenir un granulat « propre » d'appliquer un temps d'usure long et le procédé n'est pas satisfaisant en l'état. Pour comparaison, l'essai de résistance à l'attrition décrit dans la norme NF EN 1097-1 impose un temps d'usure est de l'ordre de 2 heures (12000 à 14000 tours à raison de 100 tr/min). Pour conclure, il faut noter que la matière enlevée n'est pas constituée uniquement du mortier et une valeur élevée de perte de masse ne garantit pas un nettoyage efficace : même si le mortier est détaché du granulat, il reste dans le mélange, il n'est pas suffisamment broyé pour passer au tamis sélectionné. En outre, l'écart type de la mesure de masse volumique est proche de $0,07 \text{ g/cm}^3$ pour les gros granulats de béton recyclé (4-14 mm). Cela implique d'être prudent quant à l'interprétation des résultats au vu de ces variations.

Les traitements réalisés sur la base de **l'essai Los Angeles** ont été réalisés selon la même approche avec une durée d'application unique de 120 mm, le tamisage a été réalisé à $63 \mu\text{m}$, (il était supposé que tout le mortier détaché aurait été transformé en éléments fins après traitement). L'objectif ici était uniquement de comparer l'efficacité du traitement Micro Deval et Los Angeles, l'analyse bibliographique ayant conduit à ne pas conserver ce procédé car le risque d'endommagement du granulat parent était élevé. Pour comparaison, l'essai de résistance au choc décrit dans la norme NF EN 1097-2, impose une durée d'essai de l'ordre de 15 minutes (500 tours à raison de 30 à 33 tr/min).

Ce protocole Los Angeles (cf Tableau 16) ne donne pas de résultats plus satisfaisants que le micro Deval en ce qui concerne les masses volumiques des granulats récupérés sur le tamis $63 \mu\text{m}$. Une comparaison sur d'autres tamis aurait été pertinente mais comme ce processus présente un risque supérieur de détérioration du granulat parent, il ne sera pas retenu et les essais n'ont pas été approfondis.

Tableau 16 comparaison de l'efficacité des traitement par fragmentation Los Angeles et usure Micro Deval

	LA	MDE
Durée d'essai (min)	120	120
Fraction analysée (mm)	> 0,063	> 0,063
GR2-10-14 mm		
$Q_{rd} G_{\text{Traité}} [\text{g/cm}^3]$	2,41	2,35
$W G_{\text{Traité}}$	3,8	4,7
$Q_{rdGR} [\text{g/cm}^3]$	2,33	
WGR	5,4	
GR4-10-14 mm		
$Q_{rd} G_{\text{Traité}} [\text{g/cm}^3]$	2,37	2,43
$W G_{\text{Traité}}$	5,5	4,1
$Q_{rdGR} [\text{g/cm}^3]$	2,3	
WGR	5,3	

B.3.2 Traitement mécanique par sablage

Les résultats sont présentés Tableau 17 et Figure 32.

Ce procédé n'est pas à conserver puisqu'il est consommateur d'une grande quantité de sable pour une efficacité médiocre. La durée de sablage serait prohibitive par rapport à la quantité de sable nécessaire pour espérer atteindre une efficacité correcte.

Ce procédé pourrait être utilisé en post traitement pour séparer le mortier détaché par un autre traitement (thermique par exemple).

Tableau 17 Évolution de la perte de masse par sablage

Échantillons	Perte de masse (%)				Perte de masse [g]	sable nécessaire [g]	prise essai [g]
	30	60	90	120			
durée du sablage [s]	30	60	90	120			
GR4 4/10 essai 1	0,30	0,81	1,00	1,13	11,30	1381,10	1000
GR4 4/10 essai 2	0,34	0,80	1,11	1,29	25,80	1722,30	2000
GR4 10/20 essai 1	0,67	0,88	1,09	1,40	21,00	1951,10	1500
GR4 10/20 essai 2	0,39	0,77	0,83	1,33	26,70	1605,00	2000

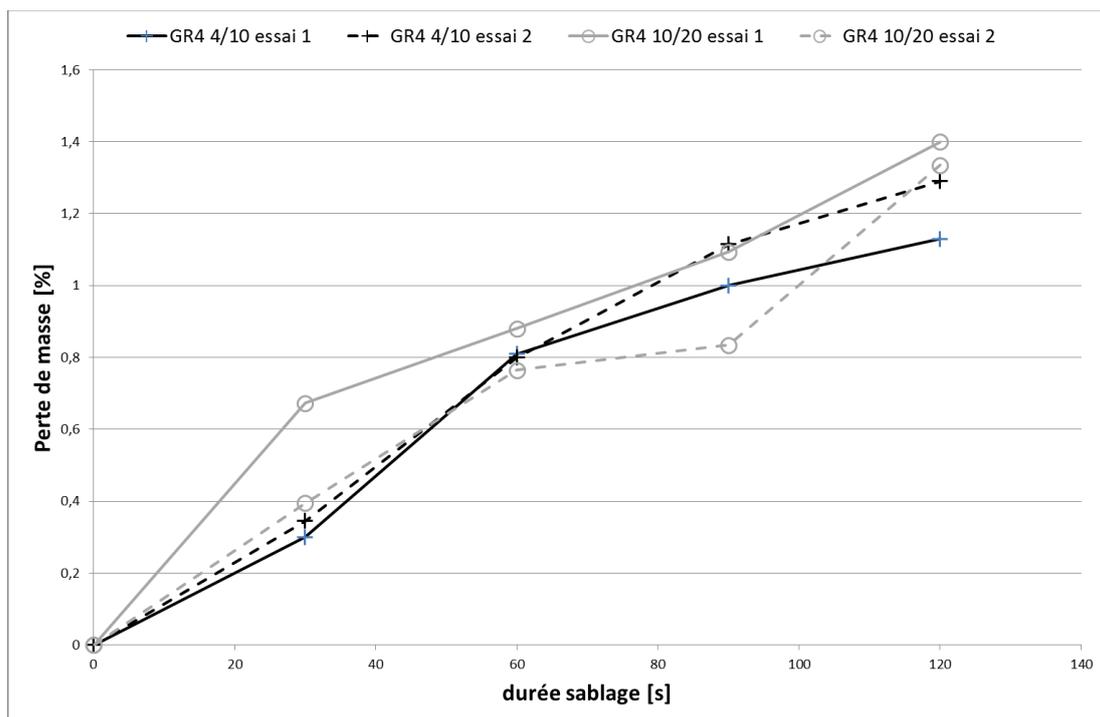


Figure 32 Évolution de la perte de masse par sablage

B.3.3 Traitement par attaque chimique à l'acide chlorhydrique

Les résultats des essais de détermination de la quantité de mortier accolé par attaque à l'acide chlorhydrique de la fraction 4/10 du GR4 sont présentés Tableau 18. (Guillemain and Ramahandry, 2014)

Tableau 18 : Quantité de mortier accolé (4/10mm) - essai à l'acide chlorhydrique

Ouverture des tamis [mm]	Masse initiale [g]	Masse après traitement [g]	Δ masse [g]	Proportion [%]
4,00	205,35	151,03	54,32	26,45
5,00	224,24	139,80	84,44	37,66
6,30	245,52	151,30	94,22	38,38
8,00	212,32	135,65	76,67	36,11

Les résultats présentés Tableau 18 sont intéressants car ils présentent un saut de valeurs au tamis de 5 mm (26% -> 38% entre le tamis 4 mm et 5 mm puis une stabilisation pour les tamis plus élevés). On peut considérer 5 mm comme une valeur sélective pour la taille du granulat parent inclus dans le mortier. Il donne une indication sur la taille du tamis sélectif des post-traitements.

Ces résultats et les contrôles visuels effectués montrent que cette méthode permet la dissolution de la matrice de ciment présente autour des granulats parents. La proportion en termes de perte de masse est élevée: 26% sur le tamis de 4 mm et 38% sur le tamis de 5 mm. Mais ces tests sont difficilement transposable dans l'optique d'une utilisation industrielle pour deux raisons:

- D'une part concernant la filtration des différentes phases après traitement : cette méthode, bien que permettant une bonne séparation du mortier et des granulats parents, est à l'origine d'une importante perte de matériaux ne permettant pas une mesure précise de la quantité de mortier présent dans le matériau. En outre cette perte importante de matériaux ne peut pas être recyclée sans un traitement important à cause de la présence d'acide résiduel. Un déchet secondaire nécessitant un traitement avant recyclage est ainsi créé.
- D'autre part, cette technique, même si elle permet une dissolution franche de la phase cimentaire, ne garantit pas la préservation des granulats. En effet, la réaction chimique de l'acide chlorhydrique avec des granulats calcaires est à l'origine de la formation de chlorure de calcium et de dioxyde de carbone. Il n'est donc envisageable de n'utiliser cette technique qu'avec des bétons donc les granulats sont inertes chimiquement, c'est-à-dire siliceux.

B.3.4 Traitements thermiques chauds

B.3.4.1 Première expérimentation : choc thermique 500°C

Les résultats sur le GR4 recybeton sont encourageants puisque le choc thermique a rendu le mortier très friable et permet de le détacher à la main. Cependant, les granulats naturels ont eux aussi subi le choc thermique qui les a rendus particulièrement fragiles. Il est possible de casser les granulats manuellement et certains sont endommagés.



Figure 33 Aspect visuel des granulats après choc thermique à 500°C.



Figure 34 : Résultats de l'expérimentation thermique à chaud (Choc thermique 500°C)

La méthode doit être adaptée pour qu'elle n'altère que le mortier et préserve le granulat notamment en privilégiant une montée en température progressive qui évitera les fissures dans le granulat. Le mortier accolé sera alors facilement détachable mais il faudra tout de même de trouver une méthode de séparation du granulat.

B.3.4.2 Deuxième expérimentation : 200°C + Broyeur à boulets

Les photos des résultats de l'essai mené à 200°C suivi d'un traitement mécanique au broyeur à boulets sont données Figure 35. Une première analyse visuelle qualitative montre qu'une grosse partie du mortier accolé a été enlevée et se trouve maintenant à l'état de poudre. La première photo (Figure 35) illustre le premier prélèvement qui a subi un chauffage à 200°C puis un passage dans le broyeur à boulets. La deuxième photo correspond à l'échantillon qui a seulement subi un passage dans le broyeur.

Pour compléter cette analyse visuelle et évaluer l'impact réel du traitement thermique une étude des variations de masse et de masse volumique de l'échantillon a été faite. Les résultats donnés Tableau 19.

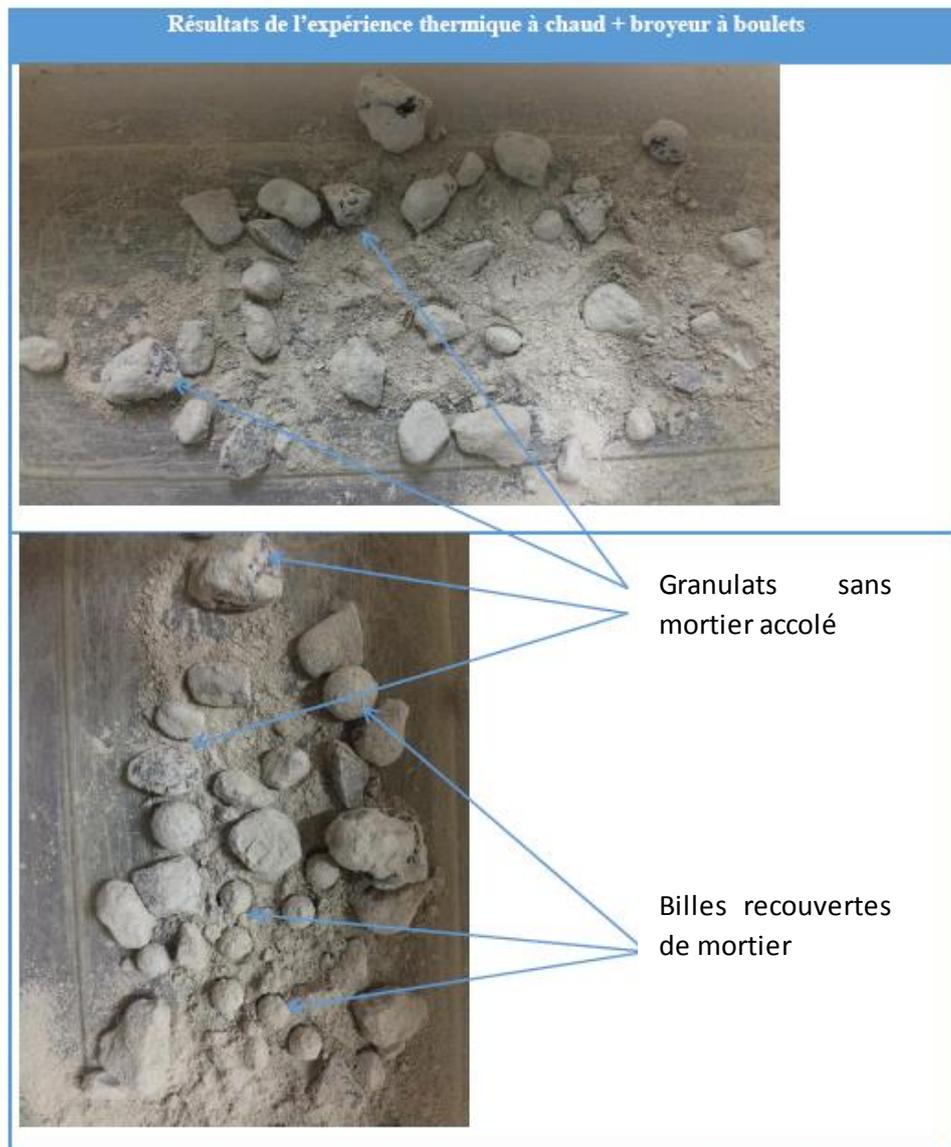


Figure 35 : Photos des résultats expérimentation thermique chaud + broyeur à boulets

Tableau 19: Récapitulatif des résultats d'essais thermique à chaud + broyeur

Échantillon	N°1	N°2	N°3
Temps d'exposition au four [min]	0	60	60
Temps de broyage [min]	10	10	20
Variation de masse (%)	16	25	19
Masse volumique (g/cm ³)	2,22	2,27	2,5

Ces premiers résultats montrent que le passage à l'étuve augmente la perte de masse et la masse volumique du granulat traité : ainsi l'efficacité est améliorée. Mais, la température appliquée (200 ° C) n'est pas assez élevée (Figure 35). Les mécanismes de dilatation et d'endommagement des CSH ne provoquent pas une séparation suffisamment efficace. La détermination du temps de « broyage » est aussi à optimiser : même si la variation de masse est moindre pour un temps plus long, la masse volumique obtenue est plus élevée, le granulat est donc supposé contenir moins de mortier.

Une des principales pistes de développement de cette méthode est l'optimisation des durées d'exposition, des températures et des durées d'application du broyeur à boulet. Le simple critère « perte de masse » n'est pas suffisant pour évaluer la qualité du traitement, il n'est pas corrélé à l'évolution des masses volumiques et il ne garantit pas l'absence de mortier dans l'échantillon.

B.3.4.3 Troisième expérimentation : Montée progressive en température de 105°C à 600°C + refroidissement à 20°C ou 0°C + post traitement ultrason

Les contrôles visuels indiquent (voir **Tableau 20**) qu'une température supérieure à 600 ° C est nécessaire pour endommager suffisamment au mortier. Néanmoins, le post-traitement par ultrasons ne permet pas de séparer efficacement le mortier, il reste encore sur les granulats une petite quantité de mortier accolée aux granulats. Il serait donc nécessaire de post traiter les granulats mécaniquement.

Tableau 20 Résultat des échantillons après le chauffage au four

Température de traitement	Mode de refroidissement	
	Air libre	Trempe
105°C		
250°C		
400°C		
500°C		
600°C		

Pour comparer l'efficacité des modes de refroidissement (dans de l'eau glacée 0°C ou à l'air ou 20°C), une analyse d'image des échantillons (logiciel « ImageJ », Figure 36) est réalisée. Plusieurs résultats sont issus de cette analyse tels que le nombre de « particules » composant l'échantillon après traitement, leurs tailles moyennes ou leurs périmètres.

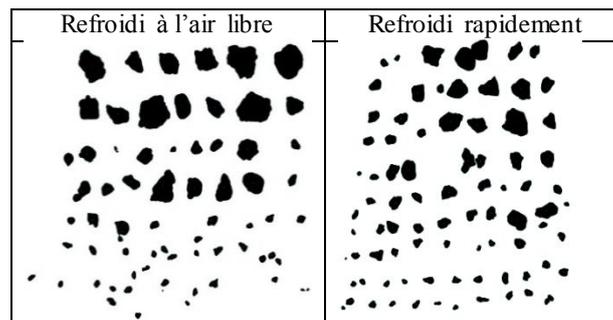


Figure 36 Analyse d'image des échantillons chauffés au four à 600 °C

Les résultats obtenus avec des échantillons ayant subi un traitement à 600 °C sont alors comparés entre eux et par rapport à un échantillon témoin. Les résultats sont référencés dans le Tableau 21.

Tableau 21 Comparaison des résultats de l'analyse d'image.

	Nombre d'échantillons	Surface moyenne	Périmètre moyen
	u	mm ²	mm
Echantillons d'origine	1	3075	238,6
Echantillons à 600 °C refroidis à l'air libre	52	145	45,6
Echantillons à 600 °C refroidis rapidement (mélange eau-glace)	89	137	40,5

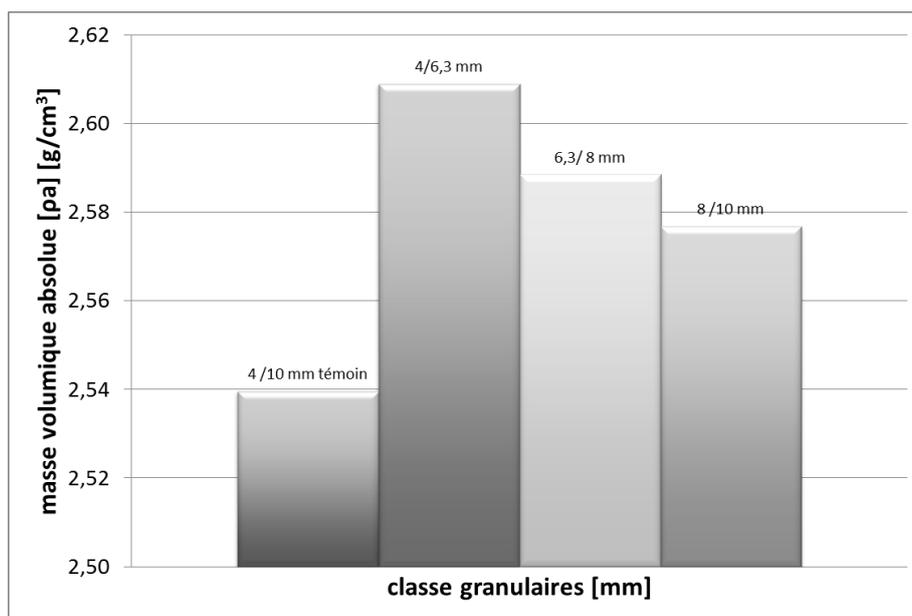
L'efficacité d'un traitement à 600 °C est confirmée puisque l'aire et le périmètre diminuent considérablement. Les résultats ont aussi tendance à montrer une meilleure efficacité du refroidissement rapide.

B.3.5 Traitements thermiques froids

Les deux premières expérimentations ont été réalisées afin d'identifier les facteurs influents pour définir les paramètres d'un process optimisé.

B.3.5.1 Première expérimentation : saturation 24h + Cycle froid de 4h à -17,5°C + malaxage + tamisage

La masse volumique des échantillons avant et après traitement par refroidissement est illustré par la Figure 37.

**Figure 37 : Masse volumique avant et après traitement thermique à froid**

Ce procédé est prometteur car la masse volumique de chacun des échantillons traités est plus importante que la masse volumique de l'échantillon non traité et contiennent donc moins de mortier. La densité de l'échantillon traité est plus élevée (2,6) que celle de l'échantillon non traité (2,54). Pour ce granulats (GR4), la masse volumique absolue du granulats primaire est inconnu, mais généralement elle est comprise entre 2,6 et 2,8 g / cm³. La masse volumique des échantillons traités tendrait donc vers la masse volumique d'un granulats non recyclé.

Le refroidissement (gel) des granulats a permis de rendre le mortier accolé plus fragile, notamment à l'interface pâte - granulats. Cependant, cette différence de température a aussi rendu plus fragile le granulats en lui-même, certains des granulats ont été endommagés par le malaxeur. (Observation visuelle). Il apparaît cependant que plusieurs granulats sont nettoyés de manière satisfaisante (voir Figure 38). Les paramètres de cette méthode efficace sont donc à optimiser.



Figure 38 Granulats en fin de traitement



Figure 39 Observations visuelles par étape du granulat traité par cycle gel/dégel

B.3.5.2 Deuxième expérimentation : saturés sous vide puis immergés + cycles gel-dégel

Le premier cycle thermique de 24 h n'a pas permis de séparer la pâte de ciment des granulats. En effet, les granulats recyclés sont intacts à l'issue du cycle.

La deuxième série de cycle de 3 semaines a donné de très bons résultats. Le passage des échantillons aux tamis de 1 mm et 0,16 mm permet de mettre en évidence la séparation entre les granulats et la pâte de ciment (Figure 40).



Figure 40 Échantillons après refroidissement en enceinte thermique

B.3.6 Expérimentation par micro-ondes (quesada and rosiak, 2015)

La détermination visuelle du degré de libération comme indiqué dans la méthode de Thomas (Tomas et al., 1999) est réalisable et exploitable pour les fractions 8 -20mm et 6.3 – 8mm. Pour les fractions plus fines, l'estimation visuelle n'est pas possible ou peu précise. Une autre méthode d'estimation de la libération de mortier accolé doit être développée.

Le passage préliminaire au micro-onde favorise la libération du mortier (Tableau 22). Il est probable que le mortier ait été fragilisé par contrainte thermique. Cependant, cette méthode ne permet pas de différencier les granulats des morceaux de mortier seuls dans l'échantillon.

Tableau 22 : Degré de libération des différentes fractions

Fraction étudiée	Sans Micro-ondes	Avec Micro-ondes	Apport du Micro-ondes
6,3/8 mm	8,8 %	16,5 %	+88%
8/10 mm	9,5 %	14,6 %	+54%

Les résultats obtenus avec cette nouvelle méthode sont donnés dans le Tableau 22 et Tableau 23. Ils sont illustrés Figure 41.

Tableau 23 : tableau résultats traitement micro-onde

Fraction	Energie induite	Variation de masse	Masse volumique absolue
	[kWh/t]	(%)	[g/cm ³]
6,3/8 mm	0,00	12,2	2,67
	745,30	13,9	2,69
	1890,84	13,6	2,70
8/10 mm	0,00	15,8	2,54
	733,86	16,9	2,63
	1443,70	17,9	2,63

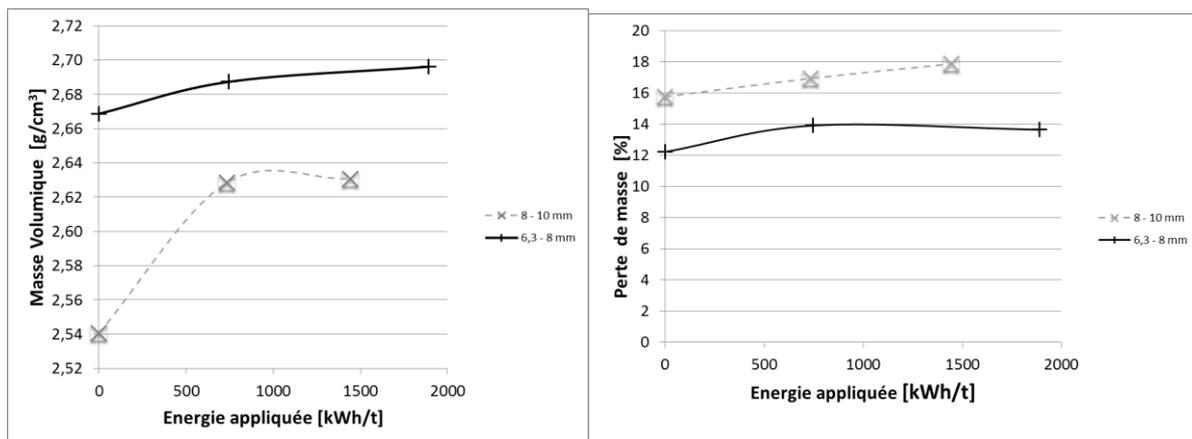


Figure 41 : Évolution de la masse volumique absolue et de la perte de masse vs puissance appliquée (traitement MO)

Ainsi, un traitement micro-ondes combiné à un procédé mécanique (malaxeur) augmente la perte de masse et améliore l'efficacité (masse volumique absolue augmentée). Ces résultats pourraient être comparés à ceux obtenus avec des procédés thermiques-mécaniques à chaud.

B.3.7 Expérimentation avec Machine à Ultra-Son (quesada and rosiak, 2015)

Les variations de masse consécutive au traitement des différents échantillons (GR4) aux ultra-sons sont données dans le Tableau 24.

Tableau 24 : Séparation par ultrasons - résultats

Masse initiale [g]	314,9	295,9	284,2
Masse finale [g]	312,7	294,1	282,2
Perte de masse [%]	0,70	0,61	0,70

Cette méthode n'a eu aucun impact réel sur la structure granulat/mortier puisque la différence de masse après passage au tamis est quasi nulle. Les ultrasons de cet équipement (bac de nettoyage pour tamis) permettent de séparer des matériaux mais pas le mortier accolé au granulat.

B.4 Retour sur l'analyse de l'efficacité des procédés : détermination de la quantité de mortier accolé.

Tous les résultats précédents ont été évalués soit par comparaisons des pertes de masse, soit par comparaison des masses volumiques, soit par observation visuelle. Aucune de ces méthodes ne permet de déterminer précisément la quantité de mortier ni de garantir que tout le mortier ait été enlevé (et donc de juger de l'efficacité du traitement) puisque les propriétés des granulats parents ne sont pas connues lors du traitement de granulats recyclés issus de plateformes. Seuls les essais réalisés sur les GR6 et GR8 permettent de mesurer l'efficacité du traitement puisque les masses volumiques du granulat parents sont connues.

Sans connaissance de la composition du béton parent, une estimation de la masse volumique du « mortier attaché » peut être faite en faisant des hypothèses sur sa composition. Dans cette optique nous avons réalisé différentes compositions de mortier et mesuré leurs masses volumiques ($\rho_d = 1,98 \text{ g/cm}^3$ pour le mortier, $\rho_d = 1,7 \text{ g/cm}^3$ pour les micro-mortier et $\rho_d = 1,93 \text{ g/cm}^3$ pour la pâte de ciment) ((Deodonne, Kunwufine, 2015). Ces valeurs sont proches de celles de Hansen ($\rho_d = 2,65 \text{ g/cm}^3$ pour les granulats naturels vs $1,75 \text{ g/cm}^3$ pour le mortier attaché)(Hansen, 1986). Ensuite, les résultats de traitement des granulats recyclés ont été analysés par comparaison des masses volumiques avant et après traitement. Ainsi, les proportions (massique et volumique) respectivement de matériau accolé et de granulat parent par rapport à la masse totale de l'échantillon sont estimées. Ces rapports (Tableau 25) sont exprimés d'une part selon les différents temps de traitement mécanique et d'autre part en fonction du choix du matériau accolé (mortier, micro-mortier ou pâte de ciment). Nous avons appliqué cette méthode à l'essai d'usure par microdeval sur les granulats du PN Recybeton GR4, les GR2 et GR6. Nous présentons un exemple pour le GR4 10/14 mm Tableau 25.

On constate que, bien que donnant une première estimation de la quantité de mortier, ces essais ne permettent pas de déterminer avec certitude cette valeur. En effet, l'exploitation indirecte proposée est basée sur la différence de masse volumique entre le matériau accolé et les granulats parents nécessitant ainsi la connaissance de leurs propriétés. La masse volumique du matériau accolé ne peut être qu'estimée en faisant différentes hypothèses quant à sa composition (mortier, micro-mortier, pâte de ciment, etc.). Cette hypothèse engendre un biais qu'il n'est pas possible de quantifier. On constate ainsi que l'hypothèse choisie influence fortement les résultats des calculs proportions granulat et de mortier accolé.

En appliquant la méthode de Dao, décrite en partie bibliographique, nous obtenons, $\rho_{GRB} = 2300 \text{ kg/m}^3$; $\rho_{Bparent} = 2400 \text{ kg/m}^3$; $\rho_{Gparent} = 2685 \text{ kg/m}^3$ (moyenne pondérée des masses volumiques sable, gravillon et gravier naturels); $G_{natparent} = 67\%$. On obtient $G_{natGRB} = 55\%$ de granulat naturel soit 45% de mortier ou pâte résiduelle en proportion volumique. Cette valeur est très supérieure à celle obtenue expérimentalement qui est au maximum de 30%. Cet écart s'explique par le rendement du traitement mécanique par usure qui ne permet pas d'ôter la totalité du mortier et par l'hypothèse simplificatrice de conservation du squelette granulaire du granulat naturel après le concassage. De plus, le matériau résiduel n'est pas constitué uniquement de pâte mais aussi d'une part de sable, ce qui a tendance à augmenter sa proportion.

A ce stade de nos essais il semble que la séparation par tamisage ne donne pas entière satisfaction et qu'un tri visuel supplémentaire doit être envisagé.

Tableau 25 : Quantité de mortier accolé - Essai Micro-Deval granulats GR4- 10/14 mm

	Durée d'essai (min)	10			30			60			90			120		
		>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	
	Fraction analysée (mm)	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4	0,063	1,6	4
	pr d « GP » [g/cm ³]	2,32	2,31	2,31	2,31	2,32	2,33	2,31	2,33	2,36	2,35	2,36	2,35	2,43	2,43	2,45
	W « GP »	4,71	5,84	5,45	5,08	5,46	5,1	5,35	5,19	5,06	3,65	4,81	4,8	4,08	4,06	3,83
	pr dGR [g/cm ³]	2,3			2,3			2,3			2,3			2,3		
	WGR	5,31			5,31			5,31			5,31			5,31		
Hypothèse Pâte de ciment	pr dpc [g/cm ³]	1,93			1,93			1,93			1,93			1,93		
	Wpc	12,81			12,81			12,81			12,81			12,81		
	VM/VGR (%)	5,13	2,63	2,63	2,63	5,13	7,50	2,63	7,50	13,95	11,90	13,95	11,90	26,00	26,00	28,85
	V « GP »/VGR (%)	94,87	97,37	97,37	97,37	94,87	92,50	97,37	92,50	86,05	88,10	86,05	88,10	74,00	74,00	71,15
	MM/MGR (%)	4,30	2,21	2,21	2,21	4,30	6,29	2,21	6,29	11,71	9,99	11,71	9,99	21,82	21,82	24,21
	M « GP »/MGR (%)	95,70	97,79	97,79	97,79	95,70	93,71	97,79	93,71	88,29	90,01	88,29	90,01	78,18	78,18	75,79
Hypothèse Micro-mortier	pr d μ m [g/cm ³]	1,7			1,7			1,7			1,7			1,7		
	W μ m	19,36			19,36			19,36			19,36			19,36		
	VM/VGR (%)	3,23	1,64	1,64	1,64	3,23	4,76	1,64	4,76	9,09	7,69	9,09	7,69	17,81	17,81	20,00
	V « GP »/VGR (%)	96,77	98,36	98,36	98,36	96,77	95,24	98,36	95,24	90,91	92,31	90,91	92,31	82,19	82,19	80,00
	MM/MGR (%)	2,38	1,21	1,21	1,21	2,38	3,52	1,21	3,52	6,72	5,69	6,72	5,69	13,16	13,16	14,78
	M « GP »/MGR (%)	97,62	98,79	98,79	98,79	97,62	96,48	98,79	96,48	93,28	94,31	93,28	94,31	86,84	86,84	85,22
Hypothèse Mortier	pr dm [g/cm ³]	1,98			1,98			1,98			1,98			1,98		
	Wm	10,03			10,03			10,03			10,03			10,03		
	VM/VGR (%)	5,88	3,03	3,03	3,03	5,88	8,57	3,03	8,57	15,79	13,51	15,79	13,51	28,89	28,89	31,91
	V « GP »/VGR (%)	94,12	96,97	96,97	96,97	94,12	91,43	96,97	91,43	84,21	86,49	84,21	86,49	71,11	71,11	68,09
	MM/MGR (%)	5,06	2,61	2,61	2,61	5,06	7,38	2,61	7,38	13,59	11,63	13,59	11,63	24,87	24,87	27,47
	MGP/MGR (%)	94,94	97,39	97,39	97,39	94,94	92,62	97,39	92,62	86,41	88,37	86,41	88,37	75,13	75,13	72,53

B.5 Conclusions : choix des procédés à optimiser

À l'issue de l'étude bibliographique et de l'étude expérimentale exploratoire, il est nécessaire de choisir un procédé à optimiser. Pour rappel, les critères de choix sont

- capacité du traitement à nettoyer le granulat parent
- non endommagement du granulat parent par le traitement
- possibilité de récupérer le résidu de mortier en vue de sa valorisation comme en ajout de cimenterie par exemple
- procédés adaptable à une échelle semi-industrielle
- impacts environnementaux et sanitaires limités
- coûts limités

Ainsi, il apparaît que les procédés industrialisables les plus aptes à détacher le mortier accolé du granulat sont les **procédés thermiques chaud ou froid**. Cependant, appliqués seuls ces procédés ne sont pas complets et il s'avère nécessaire après le détachement du mortier de le séparer du granulat parent : même s'il est fragilisé et décollé, il est parfois encore lié au granulat et un simple tamisage n'est pas suffisant. Nous choisissons donc de compléter ces traitements thermiques par des **post-traitements mécaniques**. Parmi les procédés mécaniques étudiés, celui qui semble le plus applicable à une échelle semi-industriel est le procédé par usure de type essais Micro Deval. Ce traitement pourrait facilement être adapté à une échelle plus grande (cylindre en rotation).



Dans un premier temps, la séparation sera réalisée par un **tamisage** à l'issue du post-traitement mécanique. Si ce procédé de séparation n'est pas satisfaisant d'autres méthodes telles que le tri visuel seront proposées par la suite.

Le chapitre qui suit est consacré à l'**optimisation des procédés thermomécaniques par une étude multicritères**, dont le but est de fixer les valeurs des paramètres à utiliser tel les que la température appliquée, les durées de traitements,...

C Étude d'optimisation des protocoles

Dans ce chapitre les 2 procédés thermomécaniques chaud et froid vont être optimisés. Pour cela, les protocoles seront séquencés et pour chaque séquence les paramètres seront optimisés afin de déterminer le protocole complet optimal au regard de l'efficacité. Comme précédemment la notion d'efficacité doit être définie. Dans ce but un contrôle qualité des granulats traités sera systématiquement réalisé avec un contrôle visuel et une mesure des masses volumiques.

Ces études seront réalisés sur les granulats recyclés GR4 Recybeton et HomeMade GR8 sur plusieurs coupes granulaires.

C.1 Définition des plans d'expérimentations

C.1.1 Séquencements : Scénarios et paramètres d'étude

Les procédés thermomécaniques sont séquencés sur 12 paramètres P1 à P12 représentés

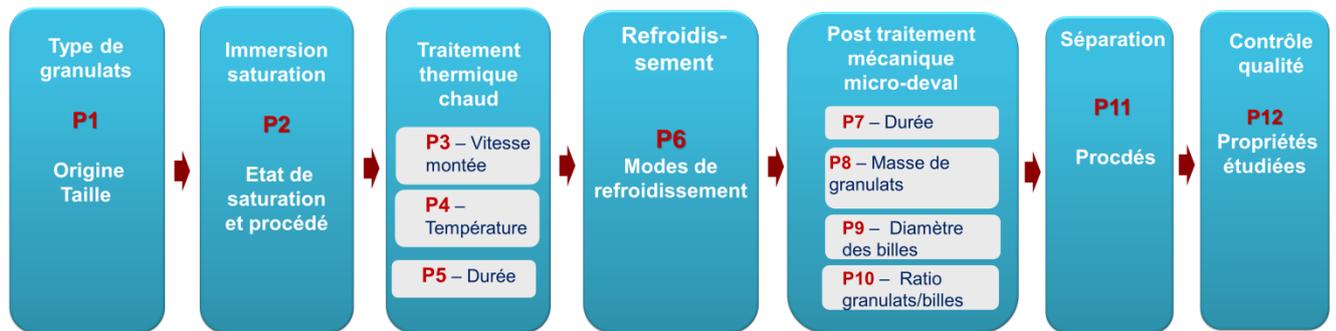


Figure 42 et

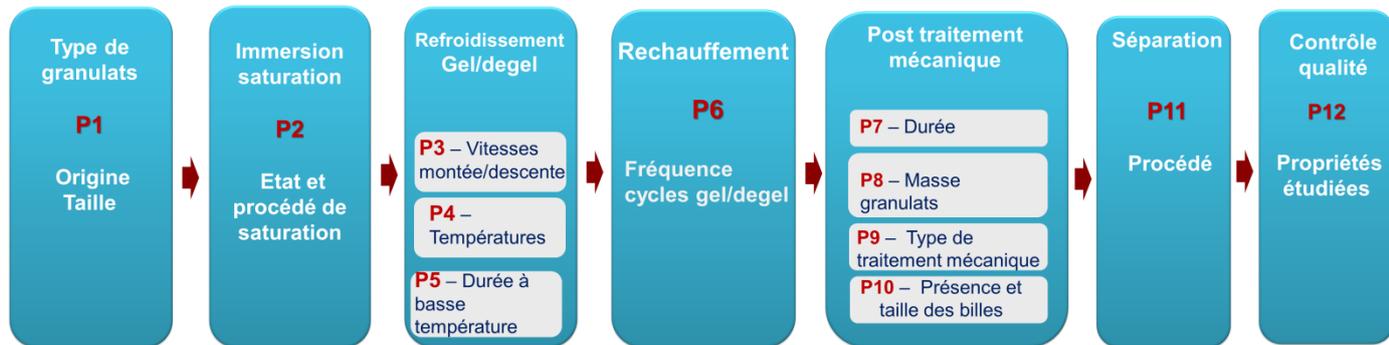


Figure 46

C.1.1.1 Séquencement thermomécanique chaud

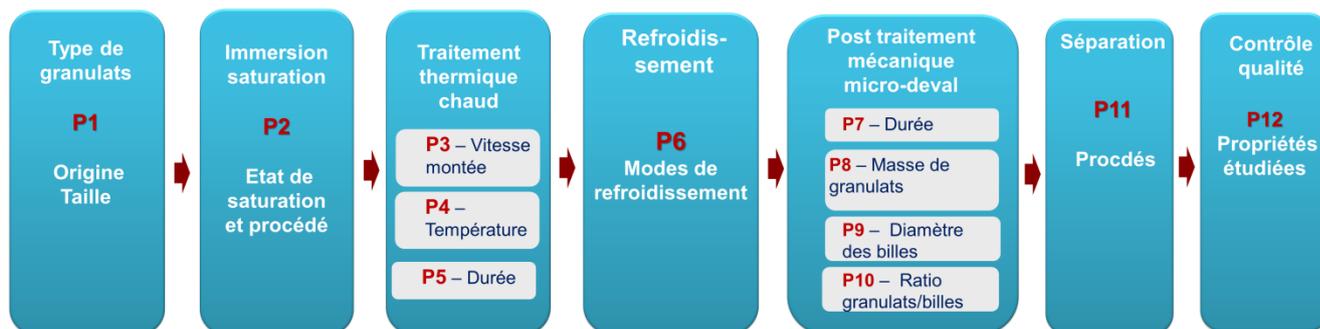


Figure 42 : Protocole expérimentale du traitement thermique à chaud et mécanique

P1: 3 tailles de granulats ont été étudiées: GR4 en 4/10 mm et 10/20 mm et GR8 « Homemade » 20/40 mm.

P2: « immersion » ou « pré-saturation » des échantillons. Pour ce faire, une cloche à vide ainsi qu'une pompe peuvent être employés afin de saturer les granulats. La pompe à vide permet de réaliser une dépression de 290 mbar au maximum à une vitesse de 9,2l/min. Trois durées différentes sont testés, 25, 80 et 120 minutes.

Il a été également testé une pré-saturation par immersion (les granulats sont mis dans l'eau) pendant 24 heures ou 48 heures, en agitant de temps en temps de sorte que les bulles d'air formées autour de l'échantillon puissent être libérées.

P3-P5: Un four de chauffage de type Nabertherm P330 avec une puissance de travail de 4,5kW est utilisé. Dans l'étude, la vitesse de chauffe est de 1 ou 2 heures pour atteindre 500 ou 600°C Cette température maximale est maintenue 2 ou 4 heures avant l'étape suivante.

P6: Un premier refroidissement par convection des échantillons est réalisé en les laissant dans le four « éteint » où seul la ventilation est en fonction. Une seconde méthode consiste à sortir les échantillons du four après traitement (température de 400°C) et de les laisser se refroidir à l'air libre. Les autres méthodes consistent à mettre les échantillons à la sortie du four dans un récipient contenant de l'eau sous différentes formes, donc à différentes températures. Cette eau est soit de l'eau à température ambiante, soit de l'eau avec la glace pilée ou soit de la glace seule.



Figure 43 : Glace pilée

Les échantillons sont ensuite retirés de l'eau/glace et mis à l'étuve à 60°C pendant 12h.

P7-P10: Après refroidissement, un traitement mécanique est réalisé afin de décoller le mortier autour des granulats. Le traitement mécanique retenu est le Micro-Deval à l'eau (MDE - Figure 44) en respectant la norme NF EN 1097-1 hormis la durée de l'essai.



Figure 44 : Micro-Deval à l'eau avec des granulats "homemade" avec 2,5 kg de billes d'acier
a) avant traitement b) MDE fermé c) après traitement

P11 : Après le traitement de 400 à 500g de matériaux à traiter, la jarre d'essai Micro-Deval est vidée en séparant les billes d'acier des granulats traités. Les granulats sont ensuite tamisés à l'aide d'un tamis 1,6 mm. Pour un meilleur résultat, le tamisage se réalise sous l'eau. Les granulats traités et tamisés sont mis à l'étuve pendant 12h à 60°C avant pesée.

Dans le protocole, deux tailles de billes/boulets sont utilisées. Les billes ont un diamètre de 1 cm et pèsent 4,04 g chacune. 2,5 kg sont mis dans le

micro-deval. Les boulets en acier introduites dans le Micro-Deval font 5 cm de diamètre et pèsent 435 g chacune (boulets utilisés pour l'essai Los Angeles selon NF EN 1097-2). Au total, 5 balles sont utilisées pour l'abrasion (Figure 45).



Figure 45 : Granulats "Homemade" avec 5 boulets d'acier dans le Micro-Deval, avant traitement mécanique

P12: L'objectif est d'évaluer l'efficacité des méthodes (mesures de perte de masse, photo, absorption ou masse volumique)

C.1.1.2 Séquencement thermomécanique froid

Essais préliminaires pour déterminer la température du gel

Dans un premier temps, nous avons envisagé trois températures de traitement (-5°C, -10°C et -15°C), utilisées sur différents cyclages. Suite à une réunion du GT1, il a été conseillé de se concentrer sur une température qui soit industriellement réalisable.

Des essais préliminaires de traitement thermique froid sur 1 seul cycle de 24h ont été réalisés à ces trois températures. Ils ont montré que la température de -15°C donnaient les meilleurs résultats et celle de -5°C les moins bons (perte de masse et observation visuelle) mais comme cette température est très difficile à obtenir pour un traitement à l'échelle semi industrielle et qu'elle est consommatrice d'énergie, il a été décidé de choisir la température de -10°C comme température de gel. Les cycles envisagés sont alors les suivants pour 96h de traitement :

- cycle sur 24h x 4 jours soit 4 cycles
- cycle sur 96h x 1 cycle
- cycles sur 24h x 4 jours soit 16 cycles

Séquençement étudié

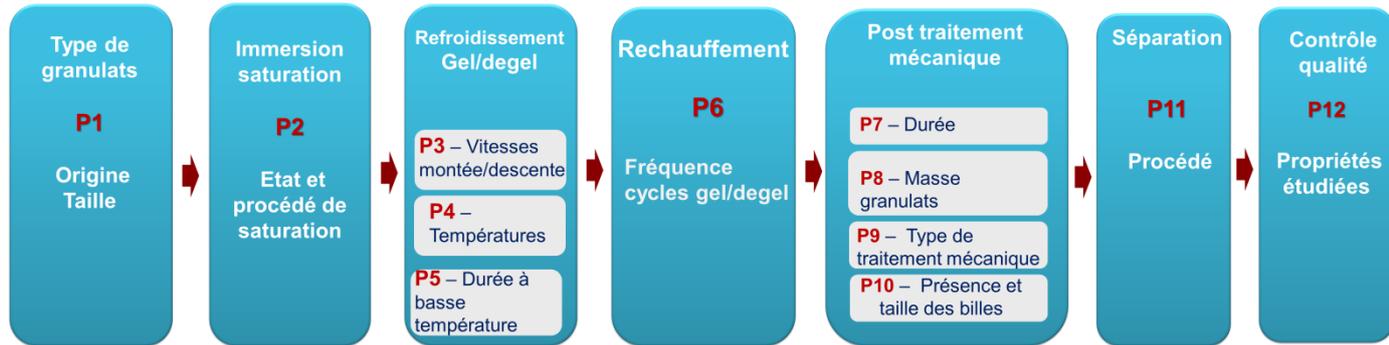


Figure 46 : Protocole expérimentale du traitement thermique à froid et mécanique

P1: GR4 4/10 mm + 10/20 mm

P2: matériau sec, saturé ou saturé et immergé (Figure 47).



Figure 47 Les 3 états de saturation

P3-P5: L'étude s'est limitée à une seule température puisqu'une étude préliminaire a permis de restreindre le champ d'investigation. Ici, -10°C a été retenu comme étant un bon compromis. Le traitement thermique débute à une température de 5°C pendant 30 minutes minimum, puis le refroidissement va suivre une vitesse de refroidissement fixée à $10^{\circ}\text{C}/\text{h}$. Lors des montées en température (phase dégel), la vitesse est de $15^{\circ}\text{C}/\text{h}$.

Les paliers sont fonction de la durée du cycle. Ici, trois durées différentes sont testées : un cycle de 4 heures, un cycle de 24 heures et un cycle de 96 heures (soit 4 jours). Parallèlement, le nombre de cycles est donné pour réaliser des essais de gel/dégel sur 4 jours (Figure 48).

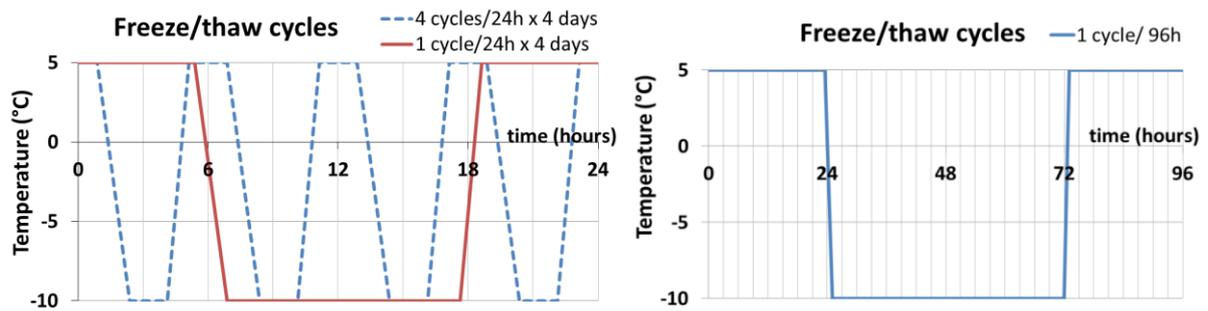


Figure 48 cycles gel/dégel

P6: À l'issue des cycles gel/dégel, les échantillons sont à 5°C. Il faut donc les remettre à température ambiante. Pour cela, les granulats sont sortis de l'enceinte climatique et laissés à température ambiante pendant 1 heure avant de réaliser les essais. En effet, les échantillons ayant effectués 4 cycles/24h pendant 4 jours ressortent encore gelés

P7-P10: Chaque échantillon testé à un état de saturation va subir 2 traitements mécaniques différents. Une partie de l'échantillon ne subit aucun traitement mécanique et sert de référence afin d'évaluer l'effet du traitement thermique. L'objectif du traitement mécanique est de pouvoir décoller le mortier attaché aux granulats (mortier fragilisé par l'action du traitement thermique). Pour cela, deux actions mécaniques sont testées. Le premier consiste à mettre les granulats recyclés dans un malaxeur « mortier » pendant deux minutes. Le second est identique au traitement thermique à chaud, c'est-à-dire l'utilisation du Micro-Deval à l'eau en utilisant uniquement les billes pendant 10 minutes.

P11 : Les granulats sont ensuite tamisés sous eau à l'aide d'un tamis 1,6 mm. Pour le traitement au malaxeur, un tamisage sous eau est d'abord réalisé. Le tamisat est ensuite mis dans la cuve d'un malaxeur à mortier et un malaxeur de 2 minutes à vitesse normale est fait. Après le traitement, le malaxeur est vidé et les granulats traités sont de nouveau tamisés sur un tamis 1.6 mm.

P12: idem traitement thermique chaud

C.1.1.3 Synthèse

Ci-après les séquençements sont résumés Figure 49.

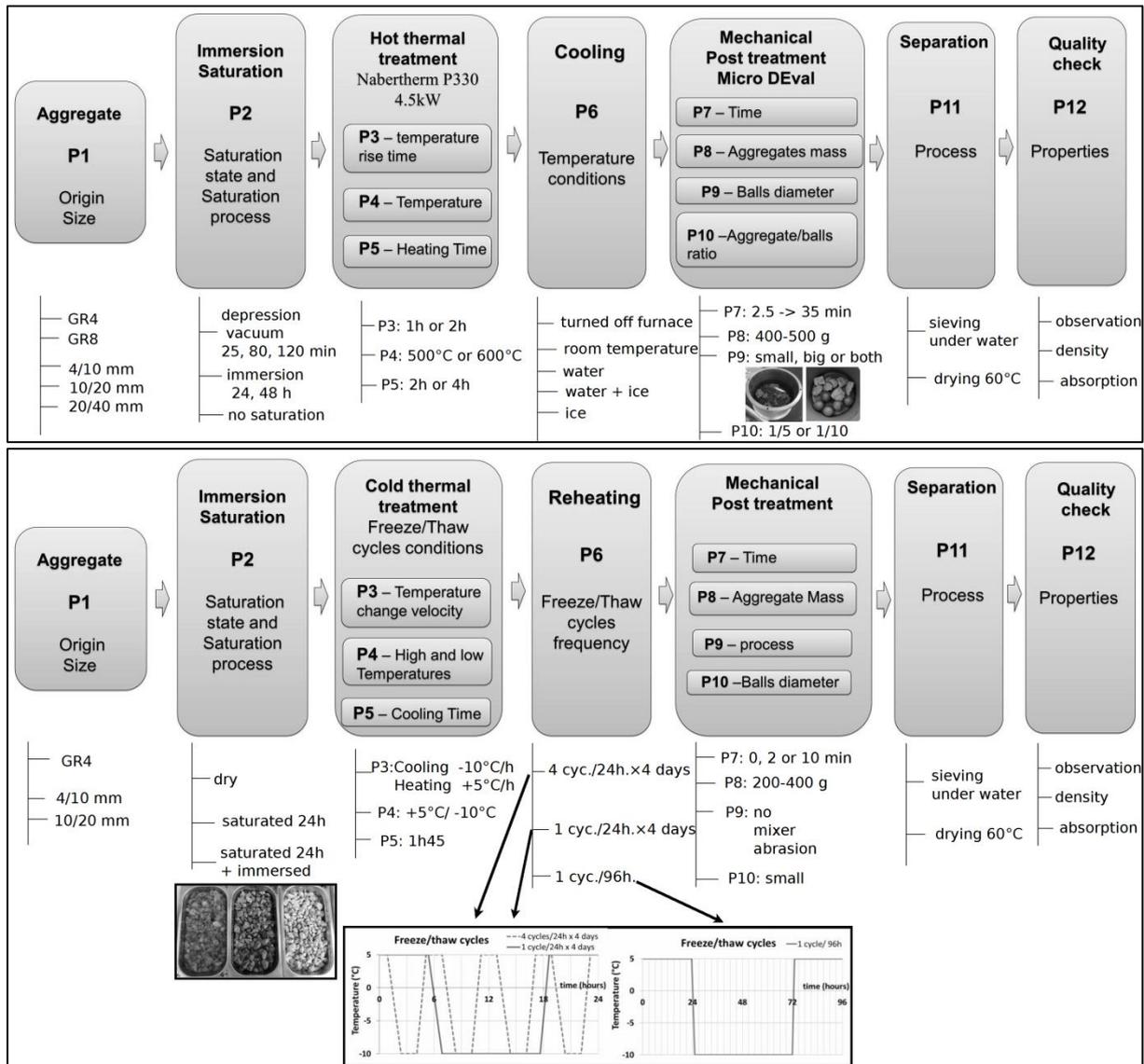


Figure 49 Synthèse des paramètres d'études séquencés des procédés thermomécaniques

C.1.2 Plans d'expérimentations

C.1.2.1 Thermomécanique chaud

67 essais ont été menés, les valeurs des paramètres P1 à P11 de ce plan d'expérience sont donnés Tableau 26 et Tableau 27.

Tableau 26 Plan expérience thermoméca chaud Recybeton GR4 10/20

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
25.1	Recybeton 10/20	no sat	1h	600°C	4h	ice lumps	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
18.1		sat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
23.1		no sat	1h	600°C	4h	room temp.	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
24.1		no sat	1h	600°C	4h	tap water	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
24.2		no sat	1h	600°C	4h	tap water	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
18.2		sat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving

28.1	no sat	1h	600°C	2h	ice lumps	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
25.2	no sat	1h	600°C	4h	ice lumps	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
20.1	no sat	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
29.1	no sat	1h	600°C	2h	ice water	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
17.1	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
24.3	no sat	1h	600°C	4h	tap water	2,5+10min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
24.4	no sat	1h	600°C	4h	tap water	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
17.5R	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
29.5	no sat	1h	600°C	2h	ice water	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving
23.4	no sat	1h	600°C	4h	room temp.	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
23.2	no sat	1h	600°C	4h	room temp.	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
29.2	no sat	1h	600°C	2h	ice water	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
28.2	no sat	1h	600°C	2h	ice lumps	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
23.3	no sat	1h	600°C	4h	room temp.	2,5+10min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
28.5	no sat	1h	600°C	2h	ice lumps	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving
17.3	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
28.4	no sat	1h	600°C	2h	ice lumps	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
19.3	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
25.4	no sat	1h	600°C	4h	ice lumps	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
25.5	no sat	1h	600°C	4h	ice lumps	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving
17.4	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5+~1/10	sieving
29.4	no sat	1h	600°C	2h	ice water	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
18.3	sat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
19.1	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
18.4	sat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5+~1/10	sieving
24.5	no sat	1h	600°C	4h	tap water	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving
19.5	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	2,5+10min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
18.5	sat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
17.2	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
23.5	no sat	1h	600°C	4h	room temp.	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving
19.7	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving
19.6	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
20.2	no sat	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
19.4	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
19.2	no sat	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving

Tableau 27 Plan expérience thermoméca chaud homemade GR8 32/64

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
10.1	Home Made 32/64	sat. 25min.	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
9		no sat	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
14.2		no sat	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls, no wtr.	~1/5	sieving
5		sat. 25min.	1h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
10		sat. 120min.	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving

26.1		no sat	1h	600°C	4h	icelumps	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
3		no sat	1h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
6		sat. 80min.	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
14.1		no sat	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
4		no sat	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
22.1		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
2		no sat	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
21.1		no sat	1h	600°C	4h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
7		no sat	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
27.1		sat. 48h	1h	600°C	4h	icelumps	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
1		no sat	2h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
6.1		sat. 25min.	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
21.2		no sat	1h	600°C	4h	tap water	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
8		sat. 25min.	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving
26.2		no sat	1h	600°C	4h	icelumps	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
22.2		no sat	1h	600°C	4h	tap water	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
27.2		sat. 48h	1h	600°C	4h	icelumps	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving
26.3		no sat	1h	600°C	4h	icelumps	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
26.4		no sat	1h	600°C	4h	icelumps	5+25min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
27.3		sat. 48h	1h	600°C	4h	icelumps	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving
27.4		sat. 48h	1h	600°C	4h	icelumps	5+25min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving

C.1.2.2 Thermomécanique froid

54 essais ont été menés, les valeurs des paramètres P1 à P11 de ce plan d'expérience sont donnés Tableau 28.

Tableau 28 Plan expérience thermoméca froid Recybeton 10/20 mm

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
1	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	tamisage à 1,6 mm
2	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
3	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
4	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	
5	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
6	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
7	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	
8	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
9	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
10	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	tamisage à 1,6 mm
11	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
12	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
13	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	

14	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
15	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
16	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	
17	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
18	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
19	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	tamisage à 1,6 mm
20	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
21	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
22	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	
23	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
24	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
25	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	
26	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
27	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
28	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	tamisage à 1,6 mm
29	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
30	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
31	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	
32	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
33	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
34	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~ 200g	Sans	-	
35	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
36	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	
37	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~ 200g	Sans	-	tamisage à 1,6 mm
38	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
39	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~ 400g	MDE	billes	
40	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~ 200g	Sans	-	
41	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
42	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~ 400g	MDE	billes	
43	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~ 200g	Sans	-	
44	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
45	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~ 400g	MDE	billes	
46	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~ 200g	Sans	-	tamisage à 1,6 mm
47	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
48	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~ 400g	MDE	billes	
49	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~ 200g	Sans	-	
50	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
51	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~ 400g	MDE	billes	
52	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~ 200g	Sans	-	
53	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~ 400g	Malaxeur	-	
54	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~ 400g	MDE	billes	

C.2 Résultats expérimentaux

Les contrôles effectués concernent les mesures des pertes de masses, des masses volumiques ainsi que quelques contrôles visuels. Pour mémoire ci-dessous les valeurs des masses volumiques des granulats recyclés et de leur granulats parents quand celles-ci sont connues. Les granulats recyclés HomeMade avaient 10 mois au moment des essais et étaient concassés depuis 2 mois.

Tableau 29 Masses volumiques de référence

Granulat	Masse volumique [g/cm ³]
RecyBeton 10/20 mm	2,12
HomeMade LS 32/64 mm	2,14
Sable Naturel du béton Home Made	2,56
Gravier Naturel du béton Home Made	2,55

C.2.1 Thermomécanique chaud

Les 67 essais décrits Tableau 26 et Tableau 27 ont été réalisés et l'influence des variations des paramètres a été étudiée paramètre par paramètre afin de définir le séquençage optimal. Les résultats complets sont donnés en annexes.

C.2.1.1 Influence des pré-saturations (P2)

En ce qui concerne les ballasts homemade (GR8 32/64 mm), la pré-saturation des granulats améliore l'efficacité des traitements tant au niveau de la perte de masse que des masses volumiques. Cependant, les améliorations ne sont pas suffisamment significatives ni reproductibles (quels que soient les autres paramètres) pour considérer que cette étape de pré-saturation soit indispensable. Le mode et la durée de saturation ne sont pas non plus discriminants. En outre, parfois les valeurs de masses volumiques ne sont pas systématiquement corrélées aux augmentations des pertes de masse. Ces résultats sont illustrés **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** et Figure 51 et Figure 52.

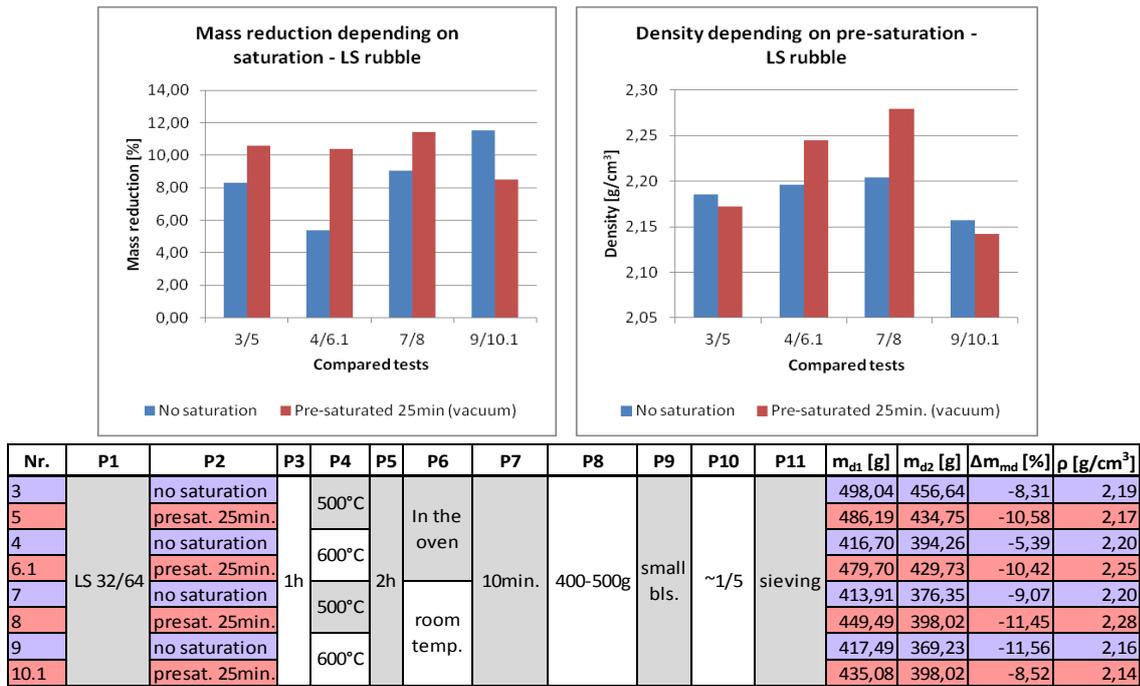


Figure 50 Comparisons of LS rubble mass reduction (Δm_{md}) and density (ρ) after tests with different pre saturation duration

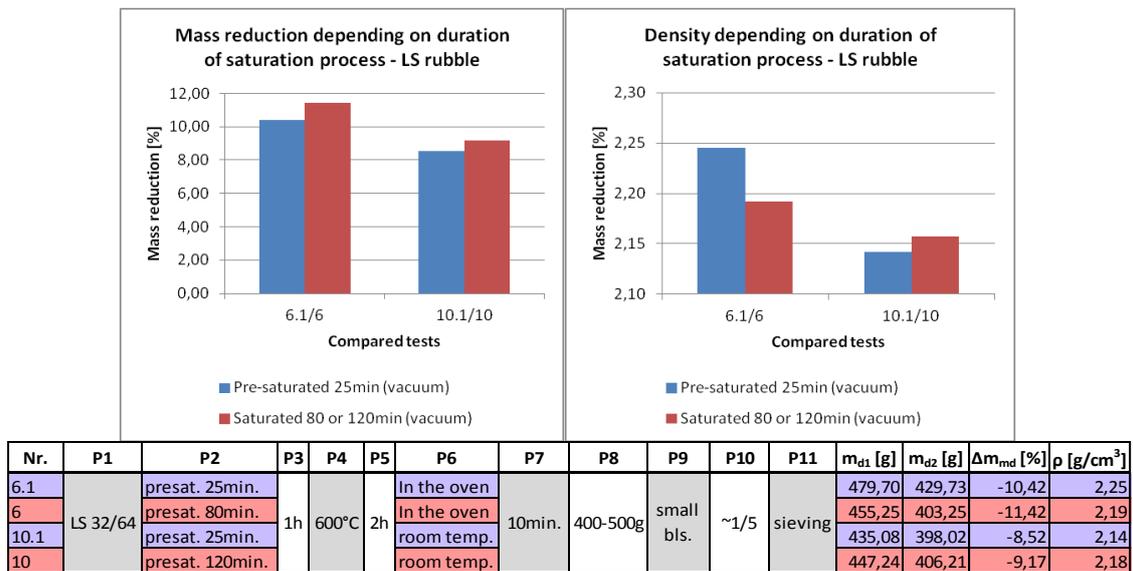


Figure 51 Comparisons des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) et des masses volumiques après différents temps de présaturation

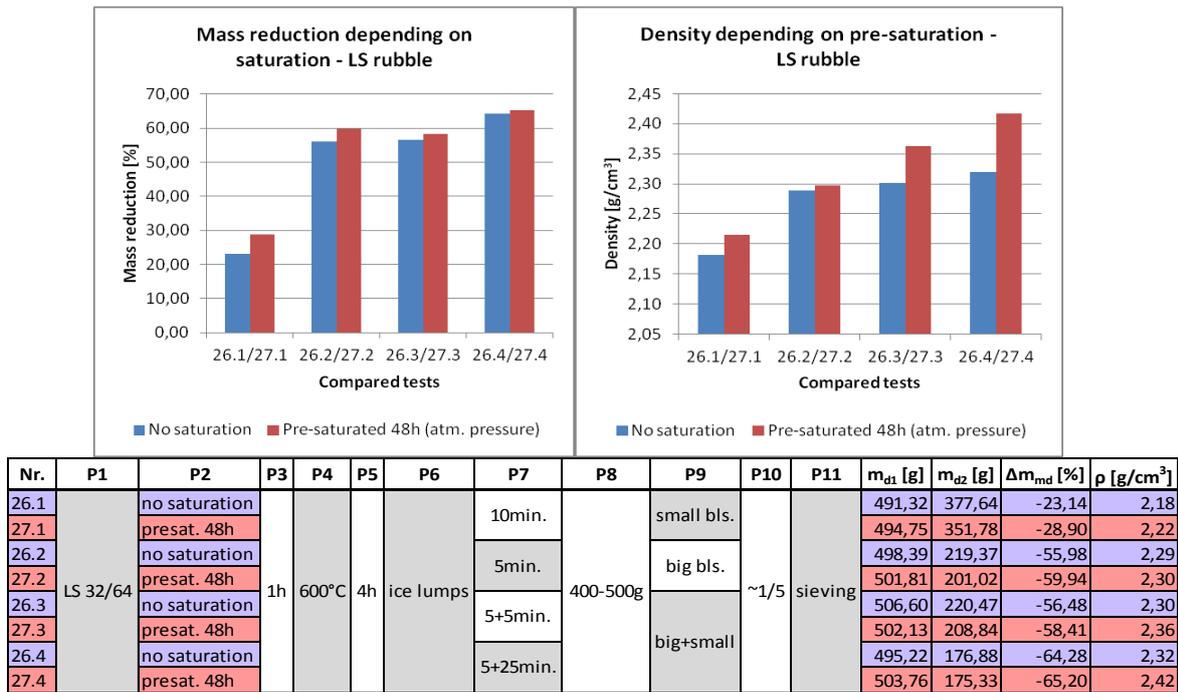


Figure 52 Comparaisons des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) et des masses volumiques avec ou sans présaturation

Les résultats sont encore moins probants sur les recybéton GR4 10/20 Figure 53)(

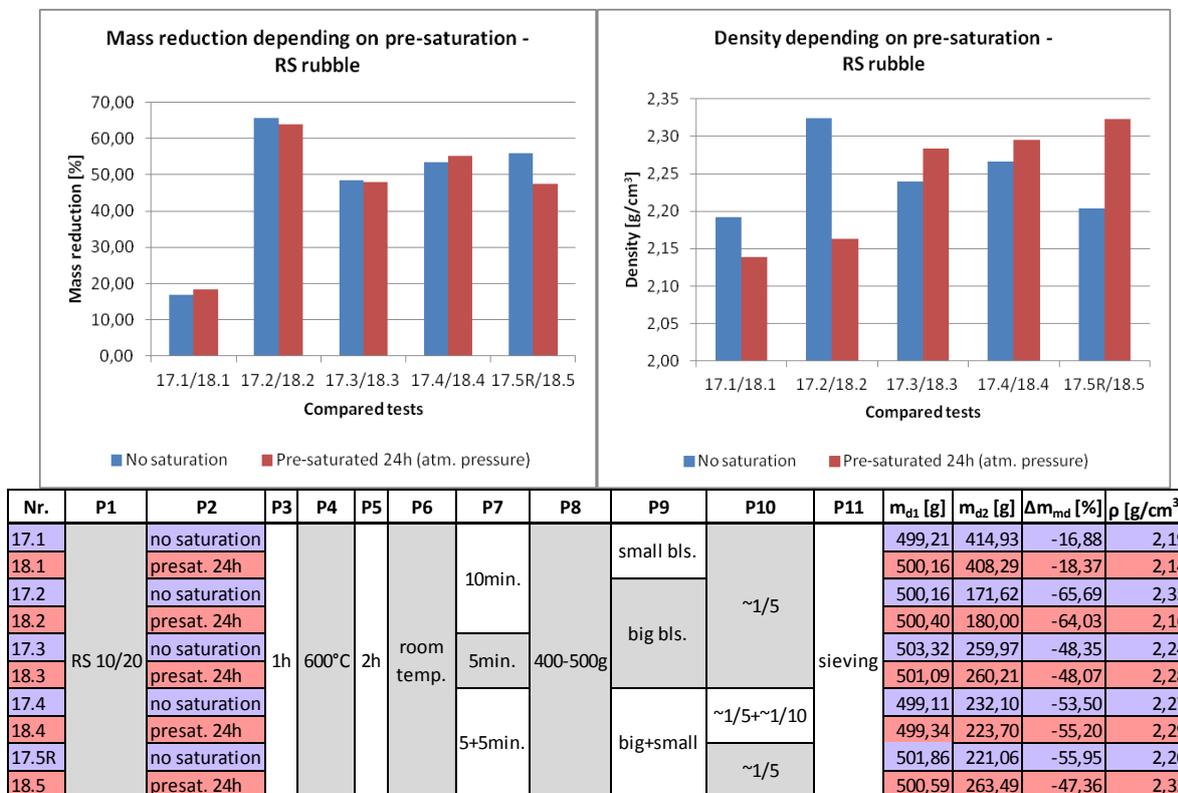


Figure 53 : Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton avec ou sans présaturation

C.2.1.2 Influence des conditions de température (P3-P5)

Vitesse de montée en température (P3)

Là encore, les résultats ne sont pas significatifs, il semblerait que pour un essai, la montée en température sur 2h soit meilleure mais cette amélioration n'est pas confirmée par les valeurs de masse volumique. On peut supposer qu'en augmentant la durée du traitement, les performances seraient améliorées.. Au vu des consommations énergétiques, c'est la solution montée en 1 heure qui sera retenue.

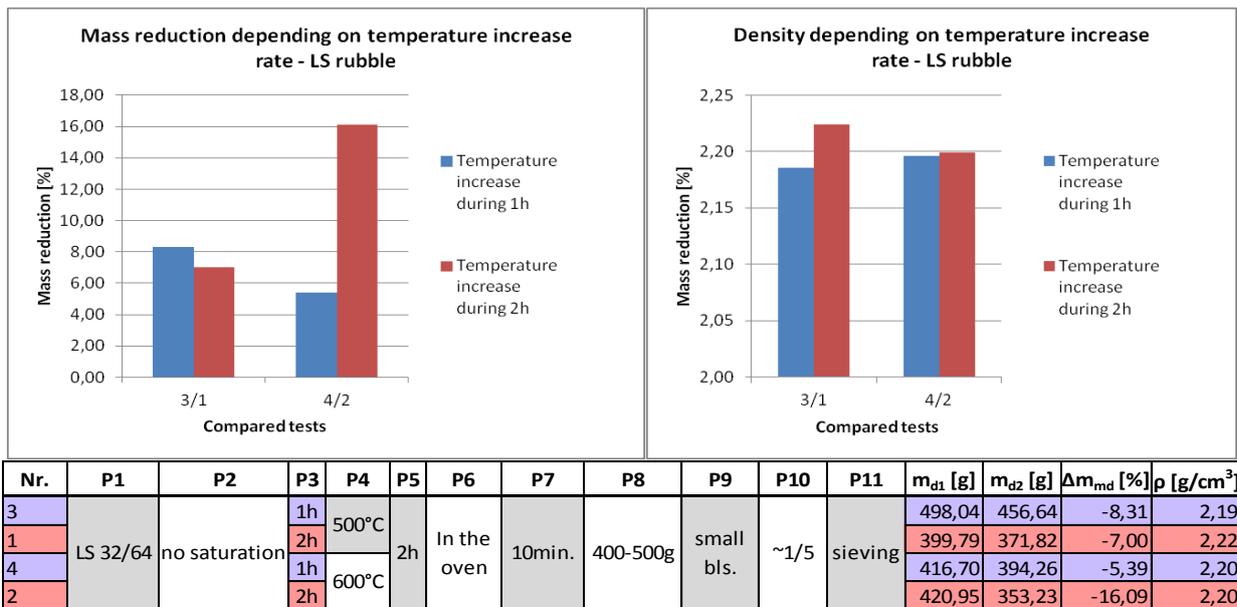
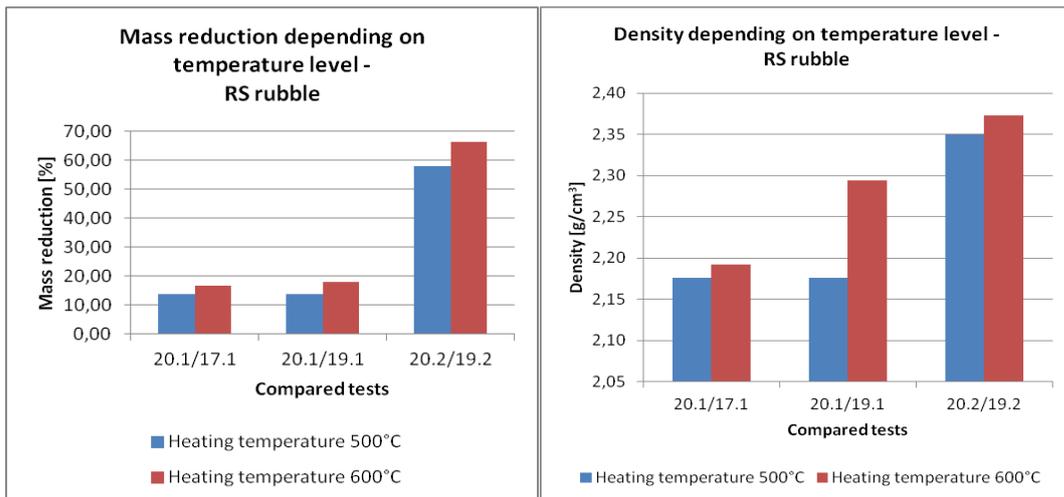


Figure 54 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton différentes vitesse de montée en température

Température du palier (P4)

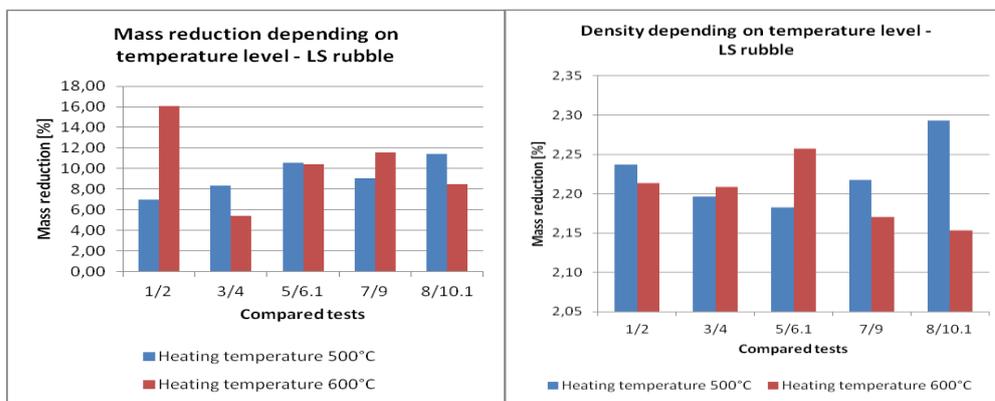
Deux niveaux de température, 500 ° C et 600 ° C sont testées. Les résultats sur le GR4 REcybeton 10/20 mm, confirment que la température de 600°C est nécessaire pour détériorer suffisamment le mortier. Cette valeur avait été confirmée par la littérature.



Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]
20.1	RS 10/20	no saturation	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	503,00	433,24	-13,87	2,18
17.1				600°C								499,21	414,93	-16,88	2,19
19.1				600°C								501,37	411,61	-17,90	2,29
20.2				500°C								502,50	211,18	-57,97	2,35
19.2				600°C								501,62	168,50	-66,41	2,37

Figure 55 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton en fonction de la température de traitement

En ce qui concerne les HomeMade GR8 32/64, les résultats ne sont pas aussi significatifs. Cela est probablement dû à la durée du traitement (2h) qui n'est peut-être pas suffisamment longue pour cette taille de matériau. Le mortier n'est sans doute pas dégradé à cœur. Ceci est confirmé par l'étude suivante (P5) dans laquelle les durées de traitement au four ont été prolongées et les températures portées à 600°C.

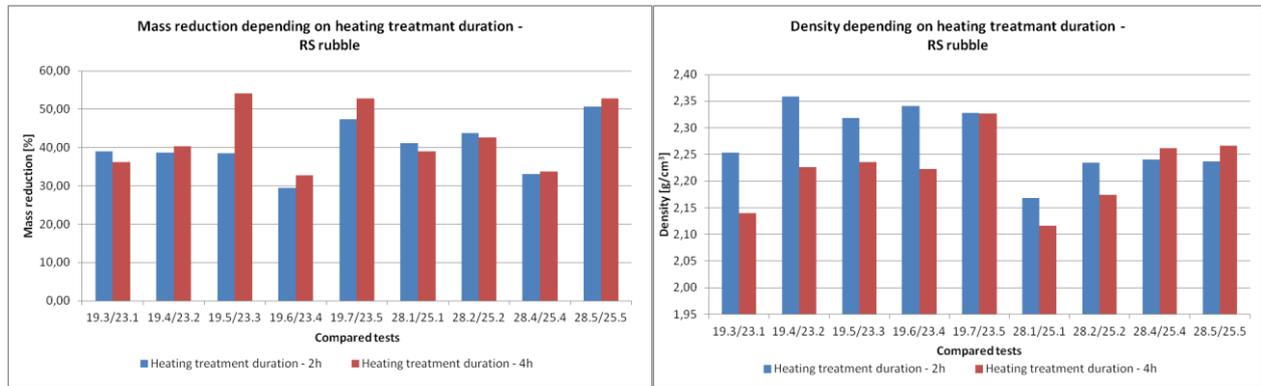


Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]
1	LS 32/64	no saturation	2h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	399,79	371,82	-7,00	2,22
2				600°C						~1/5	sieving	420,95	353,23	-16,09	2,20
3				500°C						~1/5	sieving	498,04	456,64	-8,31	2,19
4				600°C						~1/5	sieving	416,70	394,26	-5,39	2,20
5				500°C						~1/5	sieving	486,19	434,75	-10,58	2,17
6.1				600°C						~1/5	sieving	479,70	429,73	-10,42	2,25
7		presat. 25min.	1h	500°C		room temp.				~1/5	sieving	413,91	376,35	-9,07	2,20
9				600°C						~1/5	sieving	417,49	369,23	-11,56	2,16
8				500°C						~1/5	sieving	449,49	398,02	-11,45	2,28
10.1				600°C						~1/5	sieving	435,08	398,02	-8,52	2,14

Figure 56 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire selon la température de traitement

Durée du palier

Les résultats sont très différents entre les granulats Recybéton GR4 10/20 mm et les granulats Homemade GR8 32/64 mm. Mais seuls deux essais ont été menés sur le 32/64 mm. Sur les Recybeton 10/20 mm, l'augmentation de la durée du traitement n'améliore pas de façon significative les pertes de masse et les résultats obtenus sont assez dispersés. On observe même une détérioration des granulats (masse volumique) lorsque la durée est prolongée. Il est probable que les granulats soient fissurés et de ce fait que leur masse volumique en est diminuée. Ceci sera confirmé dans les essais présentés au chapitre D.



Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]										
19.3	RS 10/20	no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,51	305,62	-38,94	2,25										
23.1					4h							500,30	319,62	-36,11	2,14										
19.4					2h		2,5+12,5min.		501,64			307,36	-38,73	2,36											
23.2					4h				499,21			298,20	-40,27	2,23											
19.5					2h		2,5+10min.		500,68			307,86	-38,51	2,32											
23.3					4h				501,75			229,96	-54,17	2,24											
19.6					2h		35min.		500,35			353,42	-29,37	2,34											
23.4					4h				501,50			337,12	-32,78	2,22											
19.7					2h		3+35min		499,99			263,18	-47,36	2,33											
23.5					4h				500,18			236,23	-52,77	2,33											
28.1					2h		ice lumps		2,5min.			499,24	big bls.	400-500g	~1/5	sieving	499,24	293,61	-41,19	2,17					
25.1	4h	500,79	305,74	-38,95	2,12																				
28.2	2h	2,5+12,5min.	500,09	big+small	400-500g	~1/5		sieving		500,09	281,07	-43,80					2,23								
25.2	4h									500,34	286,94	-42,65					2,17								
28.4	2h	35min.	499,97							small bls.	400-500g	~1/5					sieving	499,97	334,83	-33,03	2,24				
25.4	4h																	500,60	331,82	-33,72	2,26				
28.5	2h	3+35min	499,95															big+small	400-500g	~1/5	sieving	499,95	246,61	-50,67	2,24
25.5	4h																					499,10	235,77	-52,76	2,27

Figure 57 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon différentes durée de maintien en température

Sur les Homemade GR8 32/64 mm, la durée du traitement améliore l'efficacité comme attendu, le cœur du mortier peut en effet être dégradé. Cependant pour la suite de l'étude (partie 4 : approfondissement des scénarios optimisés), il ne sera pas envisagé de conserver cette durée plus longue car l'étude sur granulats recyclés de taille supérieure a été envisagée pour limiter le concassage et donc économiser en coût environnemental et financier. Cependant si cela induit de prolonger la durée de traitement au four, cet intérêt n'existe plus et il n'est pas garanti qu'aucun granulats ne soit endommagé.

La durée de 2h est donc retenue pour cette étape, il conviendra cependant de vérifier la qualité des granulats après les traitements car il a été relevé dans la littérature que selon la nature des granulats

(siliceux, silico calcaires ou calcaires), ils peuvent être endommagés à des températures inférieures à 600°C.

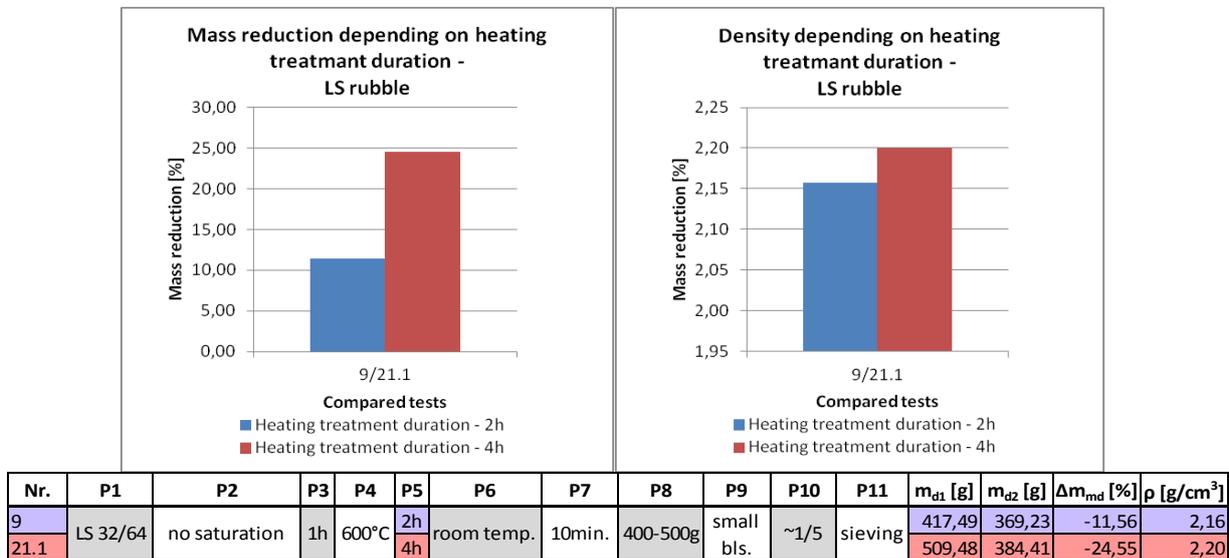


Figure 58 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire selon différentes durée de maintien en température

C.2.1.3 Influence du mode de refroidissement

Une fois encore, les résultats ne sont pas les mêmes entre les granulats Recybeton 10/20 mm et les Homemade 32/64.

Les Homemade 32/64 sont plus influencés par le mode de refroidissement et un refroidissement rapide améliore le procédé (Figure 60 et Figure 61), surtout lorsque le post traitement mécanique utilise des boulets au lieu de billes. Cela indique que le mortier est plus détérioré par le refroidissement rapide mais qu'il reste encore accolé, c'est le traitement mécanique qui finalise le procédé.

Même entre un refroidissement dans le four et à température ambiante une différence est observée (Figure 60) les échantillons passent de 600°C à 20°C, ils subissent donc un choc thermique suffisant). Cette influence du refroidissement rapide est liée aux différences de coefficients de dilatation thermique: la pâte de ciment commence à se rétrécir plus rapidement que les granulats naturels et de fortes contraintes dans la pâte de ciment sont causées par le changement rapide de la température; par conséquent, des fissures et des fractures se produisent. De plus, la réhydratation de l'oxyde de calcium au cours du refroidissement de la pâte de ciment provoque une dilatation à l'intérieur de la pâte de ciment et produit des contraintes supplémentaires.



Figure 59 Test 22.1 - influence d'un refroidissement rapide à l'eau du réseau (échantillons de laboratoire)

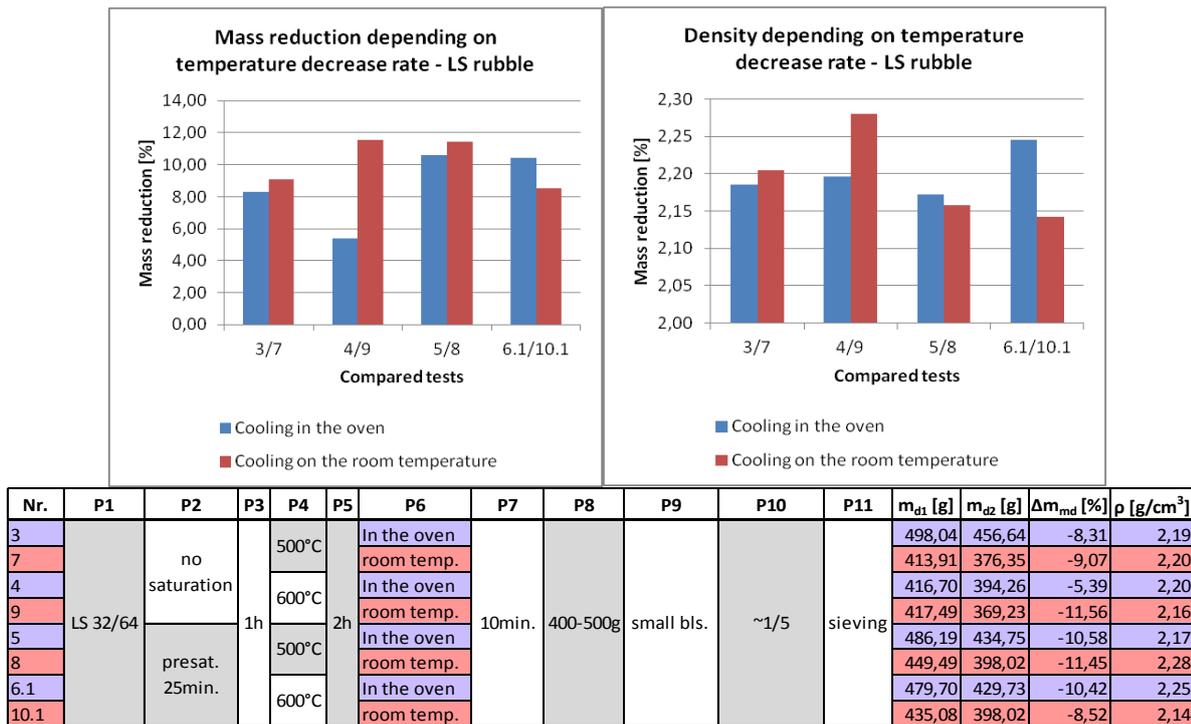


Figure 60 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire le type de refroidissement (lent dans le four – à l'air libre)

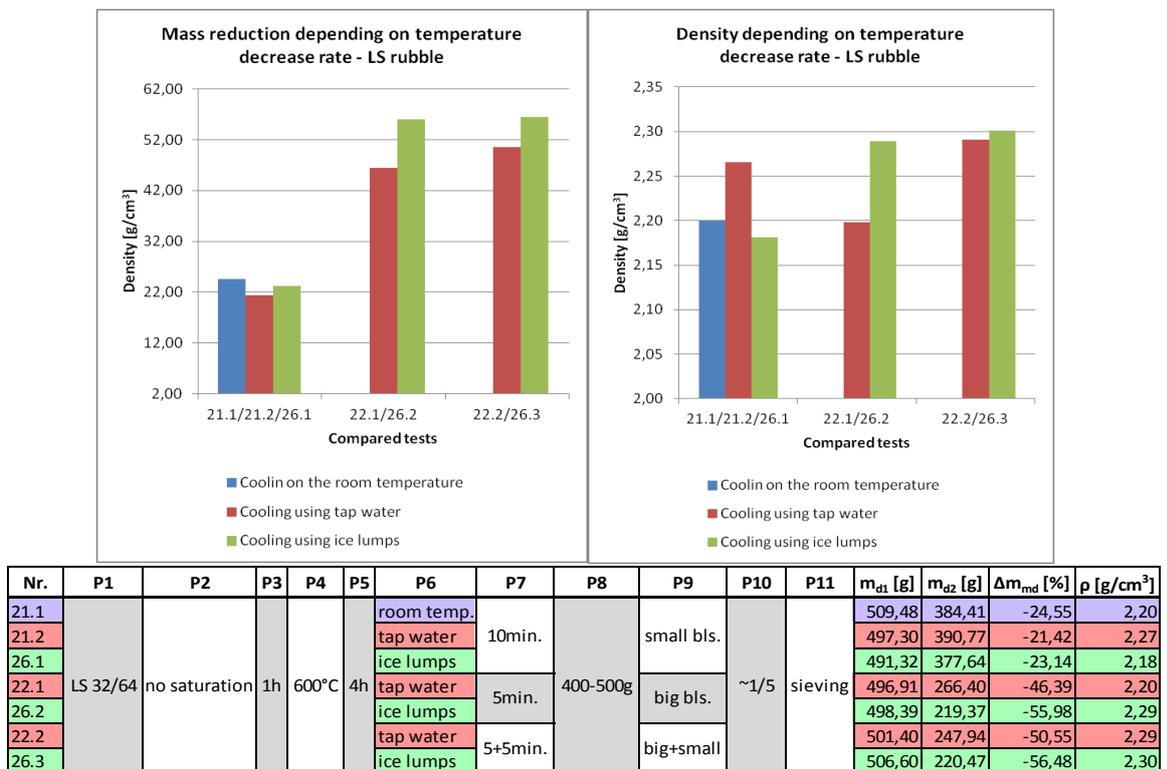


Figure 61 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire selon le taux de refroidissement

Concernant les Recybeton GR4 10/20mm, l'influence du refroidissement rapide est moins marqué (Figure 62 : eau ou eau + glace ou glace). Les essais avec refroidissement lent dans le four n'ont pas

été faits pour ces granulats. Néanmoins mais on peut supposer que le choc thermique 600°C-20°C améliorerait le procédé. L'utilisation d'eau ou de glace ne semble pas se justifier pour ces tailles de granulats. Par contre, l'eau glacée semble améliorer l'efficacité du procédé (Figure 63). Cela s'explique par la pénétration de cette eau entre les granulats.

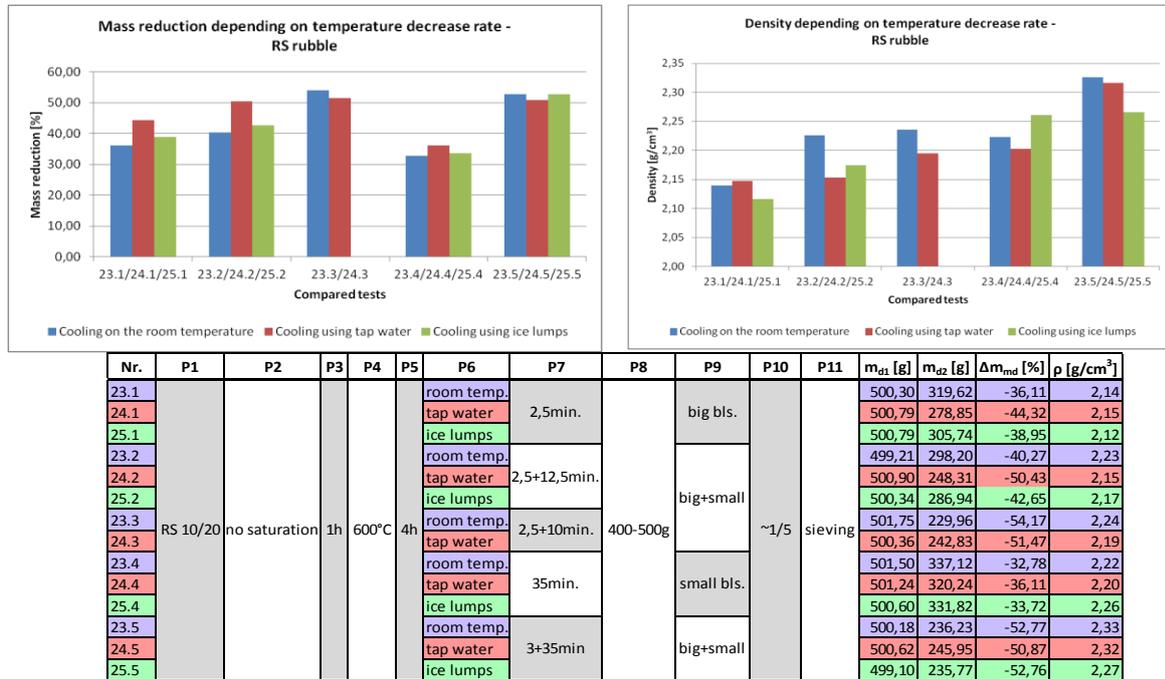


Figure 62 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon le taux de refroidissement

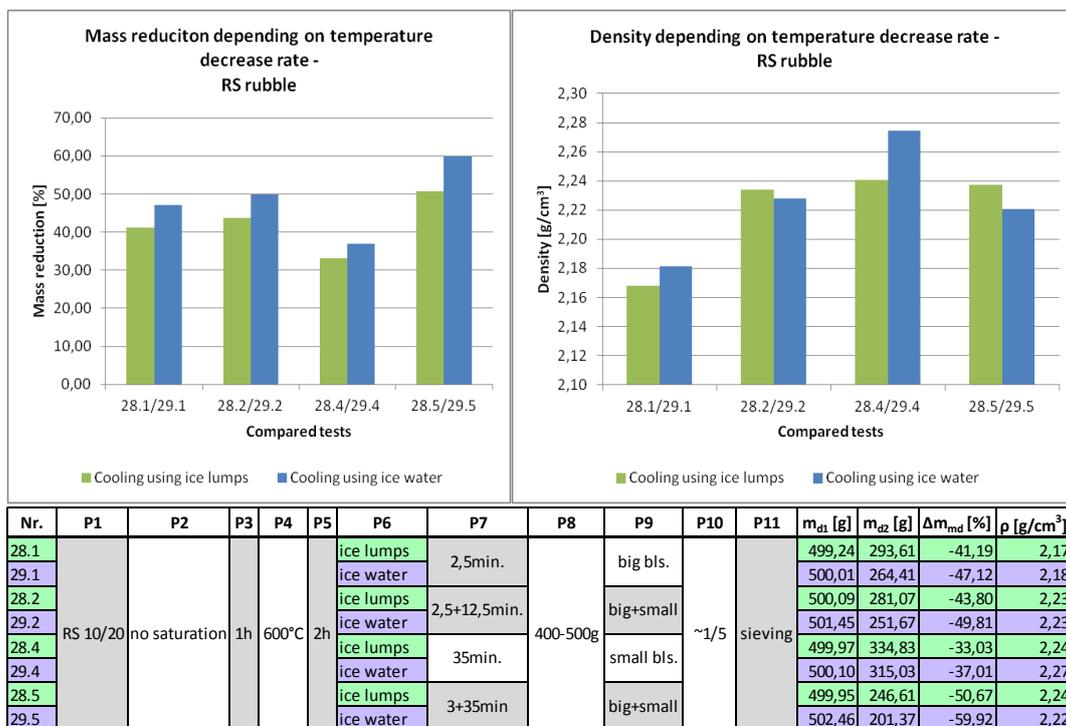


Figure 63 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon le type de refroidissement (glace ou eau glacée)

Même si l'eau glacée semble être la meilleure solution, cette technique est dangereuse (projection d'eau) et difficilement industrialisable (avoir de l'eau glacée à disposition). Les autres refroidissements rapides (eau, glace) ne sont pas suffisamment efficaces par rapport à un refroidissement à température ambiante pour être conservés. C'est donc le mode refroidissement à température ambiante qui sera conservé, il génère un choc thermique de 580°C ce qui est suffisant.

C.2.1.4 Influence des conditions d'application du post traitement mécanique

Choix de la taille des billes

De nouveau, les résultats ne sont pas les mêmes entre le Homemade GR 32/64 mm et le Recybeton GR4 10/20 mm. Une première observation visuelle le confirme : l'utilisation de petites billes ne donne pas satisfaction sur le ballast Homemade (Figure 64) contrairement au 10/20 mm Recybeton qui est déjà bien nettoyé avec un traitement Microdeval utilisant de petites billes. Sur ce Recybeton 20 mm GR4, les gros boulets améliorent encore le traitement et la perte de masse est très élevée (trop ?), cependant un risque d'endommagement des granulats existe (Figure 65)



Figure 64: Test 1, échantillon avant et après traitement mécanique type MicroDeval (10 billes, 10 minutes)

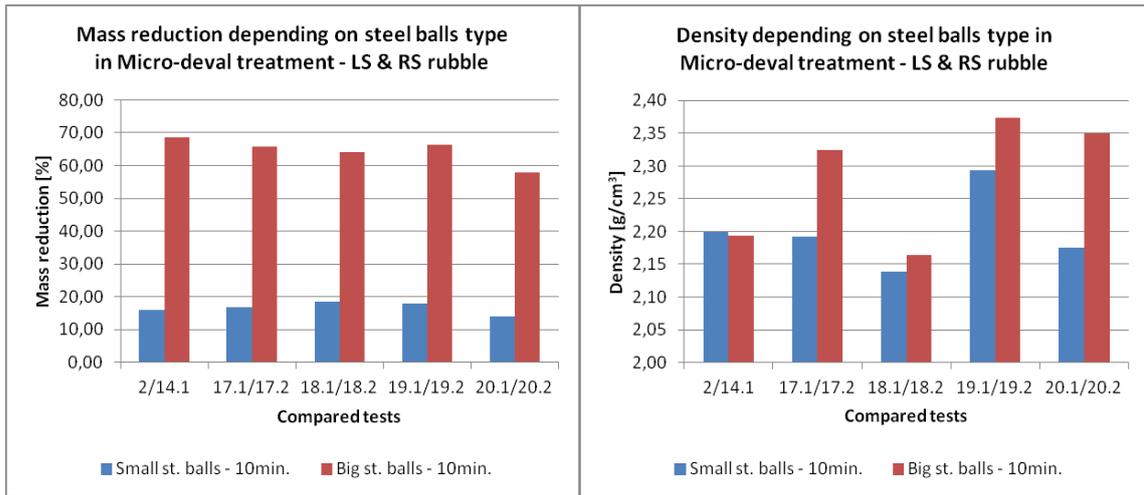
Les résultats de perte de masse et de masse volumique confirment la meilleure performance du traitement par boulets (Figure 67, Figure 66).



Figure 65 Test 19 Echantillons RecyBeton après traitement chaud, avant et après traitement mécanique micro Deval de 10 minutes avec : 2,5kg de billes) (test 19.1, $\Delta m=17,90\%$, $\rho=2,29\text{g/cm}^3$); ou 5 boulets (test 19.2, $\Delta m=66,41\%$, $\rho=2,37\text{g/cm}^3$)



Figure 66 a: Test 19 échantillon avant traitement mécanique; échantillons après traitement mécanique b Test 19.2. ($\Delta m=66,41\%$, $\rho=2,37\text{g/cm}^3$); c Test 19.4 ($\Delta m=38,73\%$, $\rho=2,36\text{g/cm}^3$); d Test 19.6 ($\Delta m=29,37\%$, $\rho=2,34\text{g/cm}^3$); e Test 19.7 ($\Delta m=47,36\%$, $\rho=2,33\text{g/cm}^3$)



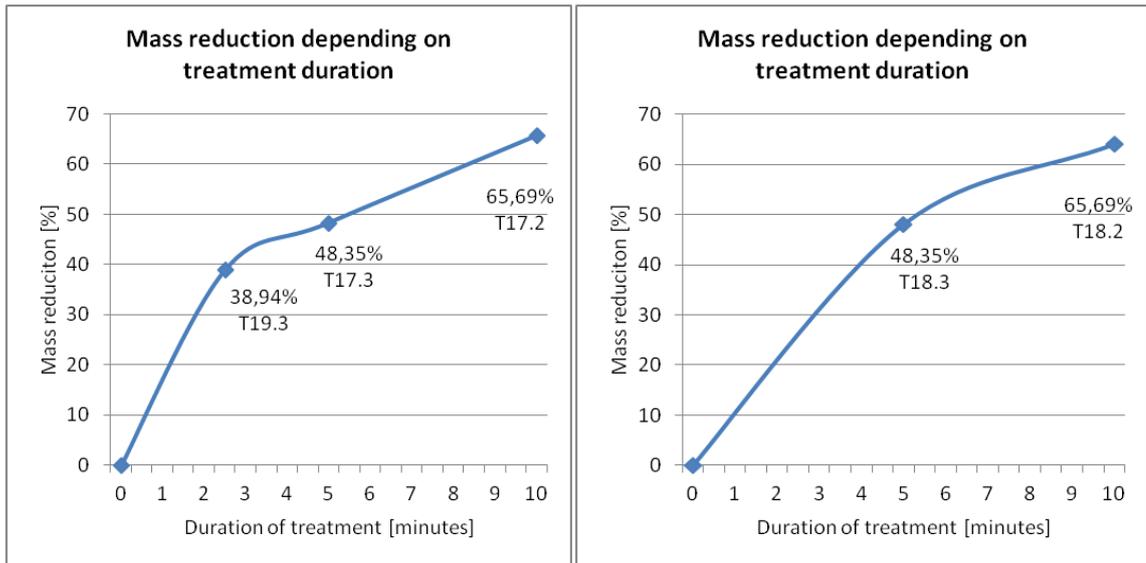
Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]	
2	LS 32/64	no saturation	2h			In the oven			small bls.			420,95	353,23	-16,09	2,20	
14.1	big bls.								330,02			103,68	-68,58	2,19		
17.1	RS 10/20	saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	499,21	414,93	-16,88	2,19	
17.2									big bls.			500,16	171,62	-65,69	2,32	
18.1		presat. 24h							small bls.			500,16	408,29	-18,37	2,14	
18.2		big bls.							500,40			180,00	-64,03	2,16		
19.1	no saturation											501,37	411,61	-17,90	2,29	
19.2												big bls.	501,62	168,50	-66,41	2,37
20.1												small bls.	503,00	433,24	-13,87	2,18
20.2												big bls.	502,50	211,18	-57,97	2,35

Figure 67 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) selon le type de charge abrasive utilisée (10 min de traitement)

Des essais complémentaires ont été réalisés en effectuant un premier traitement avec boulets suivi par un traitement avec des billes. Les boulets fragmentent le mortier et les billes continuent de broyer le mortier. Ces résultats sont illustrés par la Figure 57 (§C.2.1.2), la différence entre un traitement boulet seul ou boulet + billes n'est pas significative et cette solution mixte ne sera pas conservée.

Choix de la durée du traitement

Une augmentation de la durée du traitement avec des boulets conduit à une réduction de masse plus importante, la relation durée de traitement – perte de masse n'est pas linéaire. Les résultats de mesures de masse volumique sur le Recybeton GR4 10/20 mm indiquent qu'un traitement de 10 minutes avec billes est nécessaire (Figure 68). Ces comparaisons n'ont pas été menées avec des petites billes, mais la comparaison des résultats des essais 19.1 et 19.6 pour lesquels la durée d'application du Microdeval passe de 10 minutes à 35 minutes confirment qu'un temps long d'application améliore le procédé. En effet la perte de masse est augmentée de 17,9% à 29,4% et la masse volumique de 2,29 g/cm³ à 2,34g/cm³.



Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]
19.3	RS 10/20	no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,51	305,62	-38,94	2,25
17.3							5min.					503,32	259,97	-48,35	2,24
17.2							10min.					500,16	171,62	-65,69	2,32

Figure 68 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons RecyBéton selon la durée du traitement mécanique

Choix du mode de traitement mécanique

Les résultats présentés Figure 69 indiquent qu'il n'y a pas de différence notable entre un traitement sec et sous eau. Par conséquent, tous les autres tests sont effectués avec 2 litres d'eau pendant le traitement abrasif, car il est plus facile de nettoyer le récipient à la fin du test.

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]
2	LS 32/64	no saturation	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	420,95	353,23	-16,09	2,20
14.2									small bls, no wtr.			370,93	310,90	-16,18	2,16

Figure 69 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire pour des post-traitement mécanique avec ou sans eau

Et sans bille ?

Un test sans bille a été réalisé pour évaluer l'efficacité d'un traitement par simple frottement mais les résultats ne sont pas concluants et cette méthode ne sera pas conservée (Figure 70).

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]
15	RS 10/20	presat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	~2500g	no bls.	/	sieving	2523,82	2266,04	-10,21
16		no saturation										2521,95	2260,68	-10,36

Figure 70 Comparaison des pertes de masses (Δm_{md}) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de laboratoire pour des post-traitement mécanique avec ou sans charge abrasive

C.2.1.5 Synthèse : efficacité du traitement et choix des paramètres

Incertitude sur les essais

Différents essais ont été réalisés pour évaluer leur répétabilité. Ils sont illustrés Figure 71. Ils confirment la validité de nos précédentes conclusions puisque les écarts observés (1% sur les pertes de masses, 0,1g/cm³ pour les masses volumiques) sont inférieurs aux écarts considérés comme significatifs.

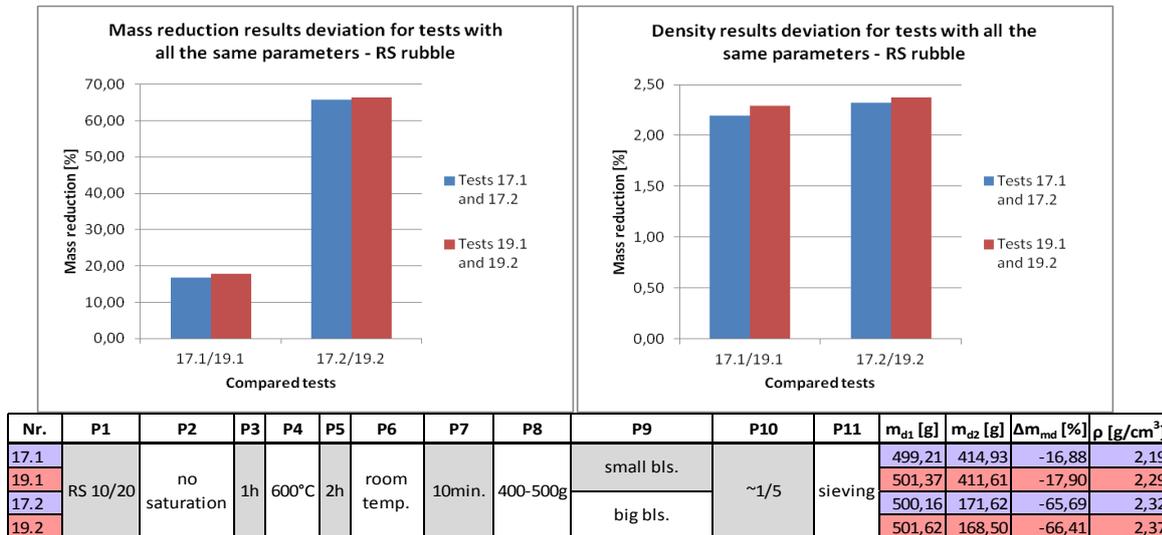


Figure 71 Comparaison des pertes de masses (Δmmd) et des masses volumiques (ρ) des échantillons de recybeton – essais de répétabilité

Bilan sur l'ensemble des essais

Les essais ont été classés par masse volumique croissante pour les Recybeton GR4 10/20 mm, et les Homemade GR8 32/64 mm. Les résultats sont présentés Figure 72 et Figure 73.

L'analyse paramètre par paramètre a permis de sélectionner ou d'éliminer différentes valeurs de paramètres à utiliser mais une lecture de l'ensemble des résultats (Figure 72 et Figure 73) montre qu'il existe des interactions entre ces paramètres. Pour pouvoir calculer ces interactions la réalisation des essais pour tous les niveaux de tous les paramètres aurait été nécessaire mais cela n'est pas réalisable dans le cadre de ce projet. De plus les résultats de perte de masse et de masse volumique ne vont pas toujours dans le même sens (exemple essai 14.1 ou 21.2). (Figure 74 et Figure 75)

À l'issue de cette étude on pourrait alors choisir **à partir des seuls critères « perte de masse » et « masse volumique »** :

- Pour le gravier recybeton GR4 10-20 mm : procédé 27.4

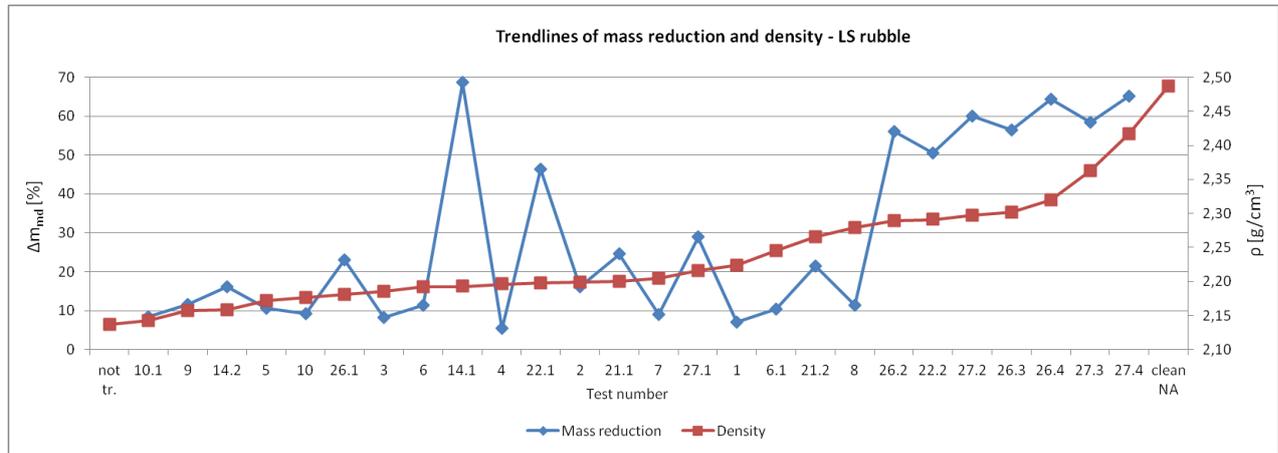
Pas de saturation- 1h de montée en température à 600°C – 2h de traitement thermique – refroidissement à température ambiante – 10 minutes de post traitement avec les boulets-avec un ratio de 5 entre la quantité de billes et la masse de granulats-post traitement par tamisage.

- Pour le ballast Homemade GR8 32-64 mm : procédé 19.2

Pré saturation 48h-1h de montée en température à 600°C-4h de traitement thermique-refroidissement sur de la glace - traitement mécanique avec les deux diamètres de billes de 30

minutes au total-avec un ratio de 5 entre la quantité de billes et la masse de granulats-post traitement par tamisage.

Ce choix est fait sur les critères d'efficacité perte de masse et masse volumique et ne prend en compte ni l'endommagement éventuel des granulats, ni la consommation d'énergie, ni la réelle application à l'échelle industrielle.



Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{d1} [g]	m _{d2} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]	Nr.
not tr.															2,14	not tr.
10.1		presat. 25min.	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	435,08	398,02	-8,52	2,14	10.1
9		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	417,49	369,23	-11,56	2,16	9
14.2		no saturation	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls, no wt	~1/5	sieving	370,93	310,90	-16,18	2,16	14.2
5		presat. 25min.	1h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	486,19	434,75	-10,58	2,17	5
10		presat. 120min.	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	447,24	406,21	-9,17	2,18	10
26.1		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	491,32	377,64	-23,14	2,18	26.1
3		no saturation	1h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	498,04	456,64	-8,31	2,19	3
6		presat. 80min.	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	455,25	403,25	-11,42	2,19	6
14.1		no saturation	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	330,02	103,68	-68,58	2,19	14.1
4		no saturation	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	416,70	394,26	-5,39	2,20	4
22.1		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	496,91	266,40	-46,39	2,20	22.1
2		no saturation	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	420,95	353,23	-16,09	2,20	2
21.1	LS 32/64	no saturation	1h	600°C	4h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	509,48	384,41	-24,55	2,20	21.1
7		no saturation	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	413,91	376,35	-9,07	2,20	7
27.1		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	494,75	351,78	-28,90	2,22	27.1
1		no saturation	2h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	399,79	371,82	-7,00	2,22	1
6.1		presat. 25min.	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	479,70	429,73	-10,42	2,25	6.1
21.2		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	497,30	390,77	-21,42	2,27	21.2
8		presat. 25min.	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	449,49	398,02	-11,45	2,28	8
26.2		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	498,39	219,37	-55,98	2,29	26.2
22.2		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	501,40	247,94	-50,55	2,29	22.2
27.2		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	501,81	201,02	-59,94	2,30	27.2
26.3		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	506,60	220,47	-56,48	2,30	26.3
26.4		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	5+25min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	495,22	176,88	-64,28	2,32	26.4
27.3		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	502,13	208,84	-58,41	2,36	27.3
27.4		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	5+25min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	503,76	175,33	-65,20	2,42	27.4
clean	NA														2,49	clean

Figure 72 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons de laboratoire

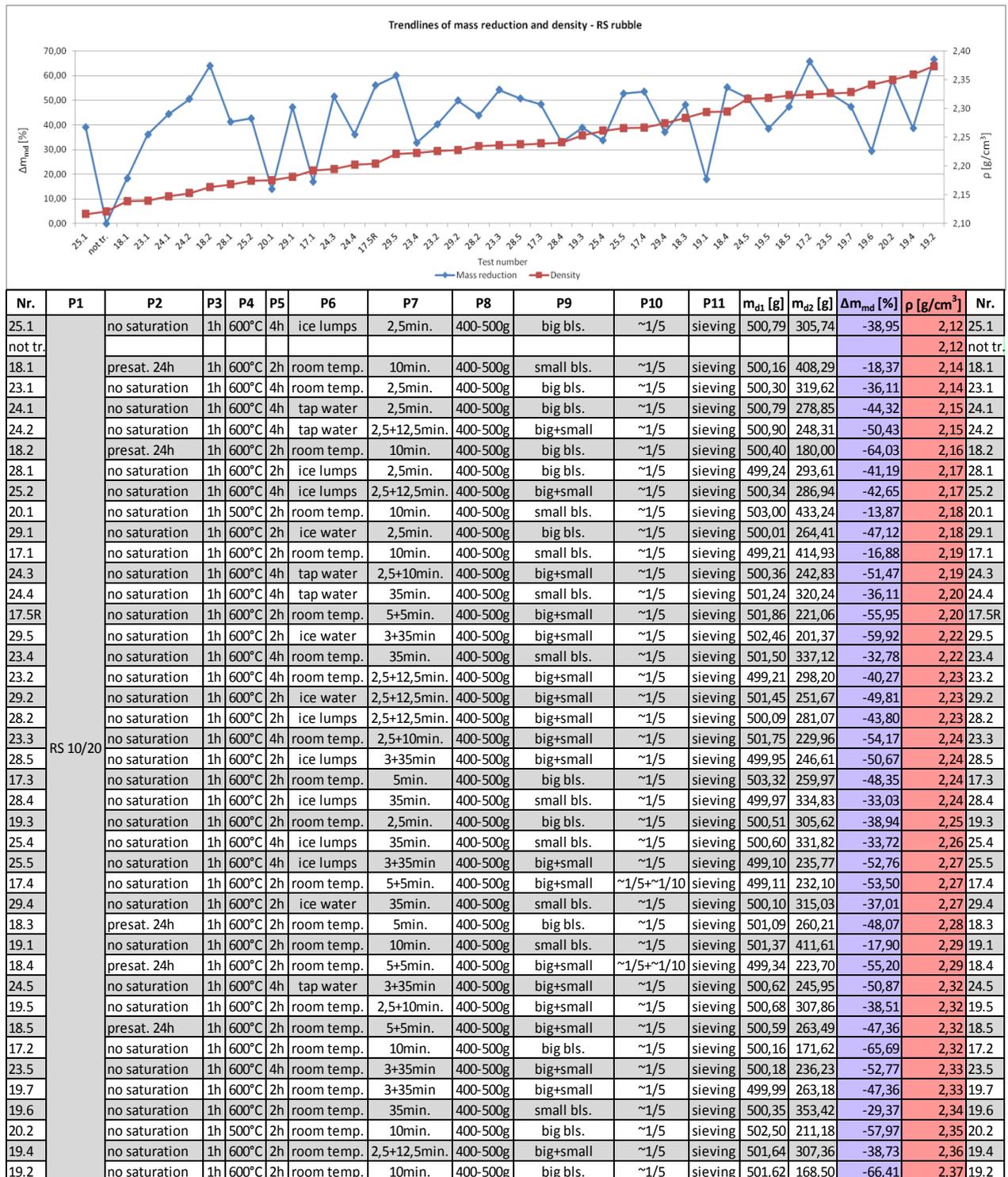


Figure 73 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons Recybéton

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{dt} [g]	m _{az} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]	Nr.	
20.1		no saturation	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	503,00	433,24	-13,87	2,18	20.1	
17.1		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	499,21	414,93	-16,88	2,19	17.1	
19.1		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	501,37	411,61	-17,90	2,29	19.1	
18.1		presat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	500,16	408,29	-18,37	2,14	18.1	
19.6		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	500,35	353,42	-29,37	2,34	19.6	
23.4		no saturation	1h	600°C	4h	room temp.	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	501,50	337,12	-32,78	2,22	23.4	
28.4		no saturation	1h	600°C	2h	ice lumps	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	499,97	334,83	-33,03	2,24	28.4	
25.4		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	500,60	331,82	-33,72	2,26	25.4	
24.4		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	501,24	320,24	-36,11	2,20	24.4	
23.1		no saturation	1h	600°C	4h	room temp.	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,30	319,62	-36,11	2,14	23.1	
29.4		no saturation	1h	600°C	2h	ice water	35min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	500,10	315,03	-37,01	2,27	29.4	
19.5		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	2,5+10min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,68	307,86	-38,51	2,32	19.5	
19.4		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	501,64	307,36	-38,73	2,36	19.4	
19.3		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,51	305,62	-38,94	2,25	19.3	
25.1		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,79	305,74	-38,95	2,12	25.1	
23.2		no saturation	1h	600°C	4h	room temp.	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	499,21	298,20	-40,27	2,23	23.2	
28.1		no saturation	1h	600°C	2h	ice lumps	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	499,24	293,61	-41,19	2,17	28.1	
25.2		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,34	286,94	-42,65	2,17	25.2	
28.2		no saturation	1h	600°C	2h	ice lumps	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,09	281,07	-43,80	2,23	28.2	
24.1		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,79	278,85	-44,32	2,15	24.1	
29.1	RS 10/20	no saturation	1h	600°C	2h	ice water	2,5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,01	264,41	-47,12	2,18	29.1	
19.7		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	3+35min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	499,99	263,18	-47,36	2,33	19.7	
18.5		presat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,59	263,49	-47,36	2,32	18.5	
18.3		presat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	501,09	260,21	-48,07	2,28	18.3	
17.3		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	503,32	259,97	-48,35	2,24	17.3	
29.2		no saturation	1h	600°C	2h	ice water	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	501,45	251,67	-49,81	2,23	29.2	
24.2		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	2,5+12,5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,90	248,31	-50,43	2,15	24.2	
28.5		no saturation	1h	600°C	2h	ice lumps	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving	499,95	246,61	-50,67	2,24	28.5	
24.5		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,62	245,95	-50,87	2,32	24.5	
24.3		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	2,5+10min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,36	242,83	-51,47	2,19	24.3	
25.5		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving	499,10	235,77	-52,76	2,27	25.5	
23.5		no saturation	1h	600°C	4h	room temp.	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving	500,18	236,23	-52,77	2,33	23.5	
17.4		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5+~1/10	sieving	499,11	232,10	-53,50	2,27	17.4	
23.3		no saturation	1h	600°C	4h	room temp.	2,5+10min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	501,75	229,96	-54,17	2,24	23.3	
18.4		presat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5+~1/10	sieving	499,34	223,70	-55,20	2,29	18.4	
17.5R		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	501,86	221,06	-55,95	2,20	17.5R	
20.2		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	502,50	211,18	-57,97	2,35	20.2	
29.5		no saturation	1h	600°C	2h	ice water	3+35min	400-500g	big+small	~1/5	sieving	502,46	201,37	-59,92	2,22	29.5	
18.2		presat. 24h	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,40	180,00	-64,03	2,16	18.2	
17.2		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	500,16	171,62	-65,69	2,32	17.2	
19.2		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	501,62	168,50	-66,41	2,37	19.2	
not tr.																2,12	not tr.

Figure 74 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons Recybéton

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	m _{dt} [g]	m _{az} [g]	Δm _{md} [%]	ρ [g/cm ³]	Nr.
4		no saturation	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	416,70	394,26	-5,39	2,20	4
1		no saturation	2h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	399,79	371,82	-7,00	2,22	1
3		no saturation	1h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	498,04	456,64	-8,31	2,19	3
10.1		presat. 25min.	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	435,08	398,02	-8,52	2,14	10.1
7		no saturation	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	413,91	376,35	-9,07	2,20	7
10		presat. 120min.	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	447,24	406,21	-9,17	2,18	10
6.1		presat. 25min.	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	479,70	429,73	-10,42	2,25	6.1
5		presat. 25min.	1h	500°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	486,19	434,75	-10,58	2,17	5
6		presat. 80min.	1h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	455,25	403,25	-11,42	2,19	6
8		presat. 25min.	1h	500°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	449,49	398,02	-11,45	2,28	8
9		no saturation	1h	600°C	2h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	417,49	369,23	-11,56	2,16	9
2		no saturation	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	420,95	353,23	-16,09	2,20	2
14.2		no saturation	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	small bls, no wt	~1/5	sieving	370,93	310,90	-16,18	2,16	14.2
21.2		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	497,30	390,77	-21,42	2,27	21.2
26.1		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	491,32	377,64	-23,14	2,18	26.1
21.1		no saturation	1h	600°C	4h	room temp.	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	509,48	384,41	-24,55	2,20	21.1
27.1		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	10min.	400-500g	small bls.	~1/5	sieving	494,75	351,78	-28,90	2,22	27.1
22.1		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	496,91	266,40	-46,39	2,20	22.1
22.2		no saturation	1h	600°C	4h	tap water	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	501,40	247,94	-50,55	2,29	22.2
26.2		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	498,39	219,37	-55,98	2,29	26.2
26.3		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	506,60	220,47	-56,48	2,30	26.3
27.3		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	5+5min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	502,13	208,84	-58,41	2,36	27.3
27.2		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	5min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	501,81	201,02	-59,94	2,30	27.2
26.4		no saturation	1h	600°C	4h	ice lumps	5+25min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	495,22	176,88	-64,28	2,32	26.4
27.4		presat. 48h	1h	600°C	4h	ice lumps	5+25min.	400-500g	big+small	~1/5	sieving	503,76	175,33	-65,20	2,42	27.4
14.1		no saturation	2h	600°C	2h	In the oven	10min.	400-500g	big bls.	~1/5	sieving	330,02	103,68	-68,58	2,19	14.1
not tr.															2,14	not tr.

Figure 75 Comparaison de tous les essais réalisés avec les échantillons de laboratoire

Conclusion : détermination des paramètres du thermomécanique chaud

La sélection faite précédemment pose plusieurs problèmes :

Les résultats de perte de masse et de masse volumique ne vont pas dans le même sens (cf Figure 72 et Figure 73).

- Une observation des granulats à l'issue du traitement indique que :
 - il reste du mortier détaché,
 - il reste du mortier accolé aux granulats parents
 - et surtout certains granulats ont été endommagés soit par le traitement thermique, soit par le post traitement.



Figure 76. Observation des granulats Recybeton traités après procédé 19.4



Figure 77. Observation des granulats Recybeton traités après procédé 18.4

- Elle n'intègre pas d'autres critères de choix tels que la consommation d'énergie ou les risques pour la santé : impacts environnementaux et sanitaires.

À l'issue de cette étude, il est possible d'éliminer certaines valeurs de paramètres qui n'apportent pas d'amélioration significative ou qui sont inapplicables à l'échelle industrielle :

- P2 : Pré-saturation qui n'apporte pas d'amélioration significative
- P3 : Montée lente en température (2h au lieu de 1h) qui n'apporte pas d'amélioration significative et qui générerait un coût énergétique supplémentaire

- P6 : Refroidissement dans l'eau glacée qui apporterait une légère amélioration mais qui est dangereuse et difficilement applicable et le refroidissement rapide (glace) pour le gravier pour lequel les résultats sont dispersés et pas suffisamment significatifs
- P9 : utilisation des résidus sans bille ne donne pas satisfaction et un traitement avec successivement des boulets et des billes qui n'apporte pas une amélioration significative

Il est aussi possible de choisir définitivement certains paramètres :

- P4 : la température à appliquer est de 600°C pour garantir une détérioration du mortier
- P5 : 2h de traitement pour le gravier recybeton GR4 10-20 mm sont suffisants

D'autres paramètres sont encore en discussion et dépendant du type de granulat :

- P5 : pour le ballast Homemade, 4h améliorent le processus mais ce choix engendre un coût énergétique important et cette durée d'exposition en température risque d'endommager les granulats parents
- P7 : la durée d'application du traitement mécanique optimale pour le gravier Recybeton 10-20 mm serait d'au moins 30 minutes, mais cette durée d'application risquerait d'endommager le granulat, seul un contrôle visuel permettrait de le vérifier. Ce contrôle visuel n'a pas pu être réalisé pour l'ensemble des essais.
- P9 : là encore la lecture directe des résultats de cette étude indique que l'utilisation des gros boulets est la solution la plus efficace, mais le risque d'endommagement est élevé et la perte de matière (> 60%) génère une quantité de résidus importante ce qui diminue le rendement. Il faudrait distinguer ici le cas des ballasts et des graviers.

Enfin l'étude de certains paramètres doit être complétée :

- P11 : le tamisage ne permet pas de séparer correctement le mortier détaché du granulat parent et un tri visuel semble indispensable. Ceci pourrait être envisagé mais l'application systématique à l'échelle industrielle est discutable
- P12 : pour le contrôle qualité, une vérification du non endommagement des granulats (par le traitement thermique et/ou mécanique) devrait être effectuée. Ainsi il faudrait comptabiliser les granulats exempts de mortier, ceux partiellement nettoyés, ceux endommagés et le mortier résiduel non éliminé, là encore l'application à l'échelle industrielle est discutable.

Dans la dernière partie du rapport (D. Approfondissement des procédés optimisés), une étude d'estimation des coûts environnementaux en fonction des rendements apportera un critère de sélection supplémentaire pour définir le procédé à conserver pour la suite de l'étude. Ainsi le choix des paramètres (efficacité du procédé) ne sera pas fait uniquement sur les critères de perte de masse élevée et de masse volumique augmentée, certains critères tels que la consommation énergétique permettront d'éliminer certaines valeurs des paramètres qui ont été étudiées dans cette partie.

C.2.2 Thermomécanique froid

Les 54 essais décrits Tableau 28 ont été réalisés, et l'influence des variations des paramètres a été étudiée paramètre par paramètre afin de choisir le séquençement optimal. Les résultats complets sont donnés en annexes.

Pour rappel, les paramètres fixes sont : cycles -5°C/+10°C ; avec une vitesse de refroidissement de -10°C/h et une vitesse de réchauffement de +15°C/h.

Les valeurs de masse volumique et coefficient d'absorption ont été contrôlées :

Masse volumique 4/10 mm	2125,74 kg/m ³	Masse volumique 10/20 mm	2249,34 kg/m ³
Absorption 4/10 mm	7,98 %	Absorption 10/20 mm	2,06 %

C.2.2.1 Comparaisons multi-paramètres

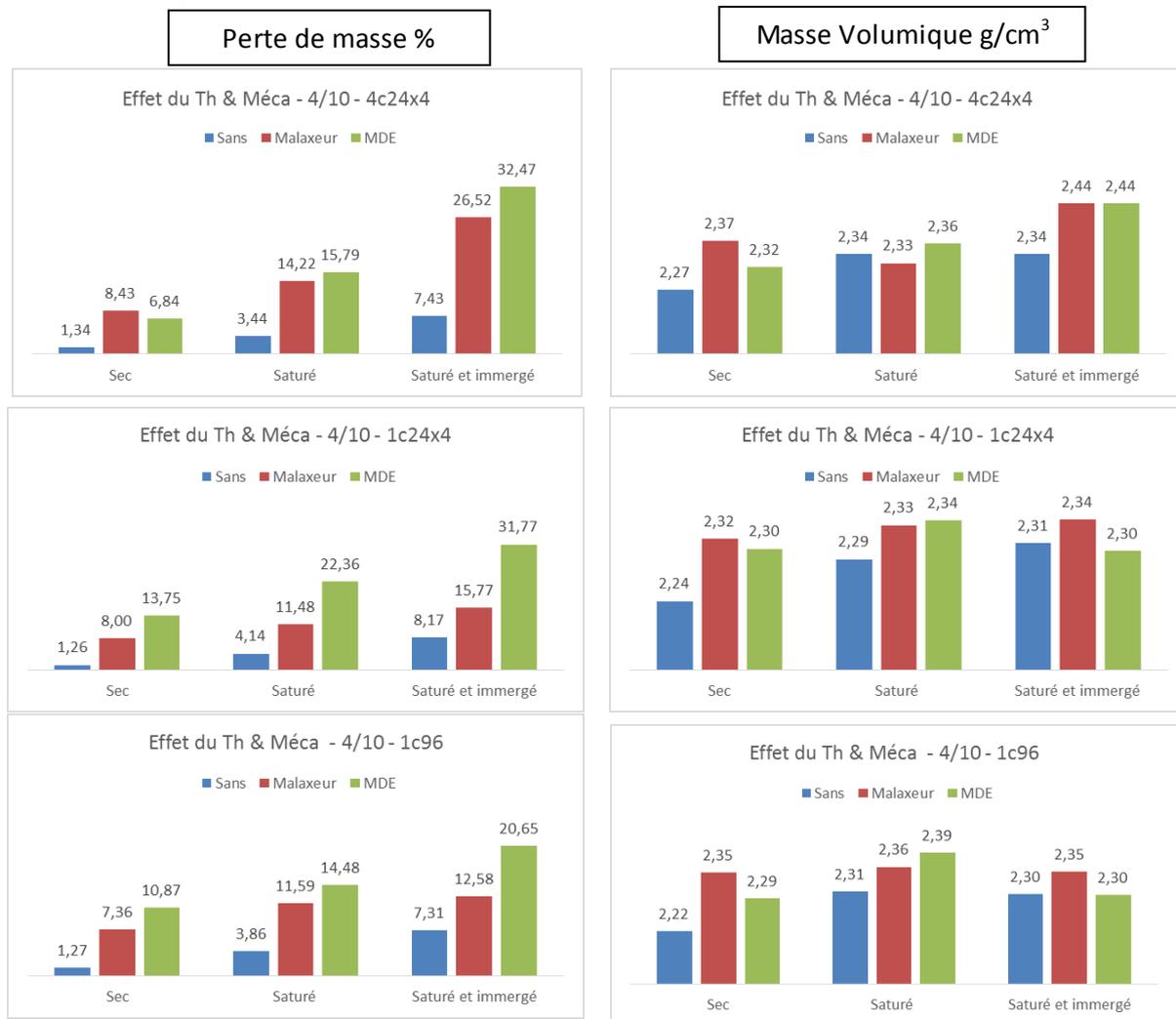


Figure 78 Analyse multicritères de l'influence des cycles de gel-gel sur la perte de masse et la masse volumique des granulats traités – Granulats 4/10 mm

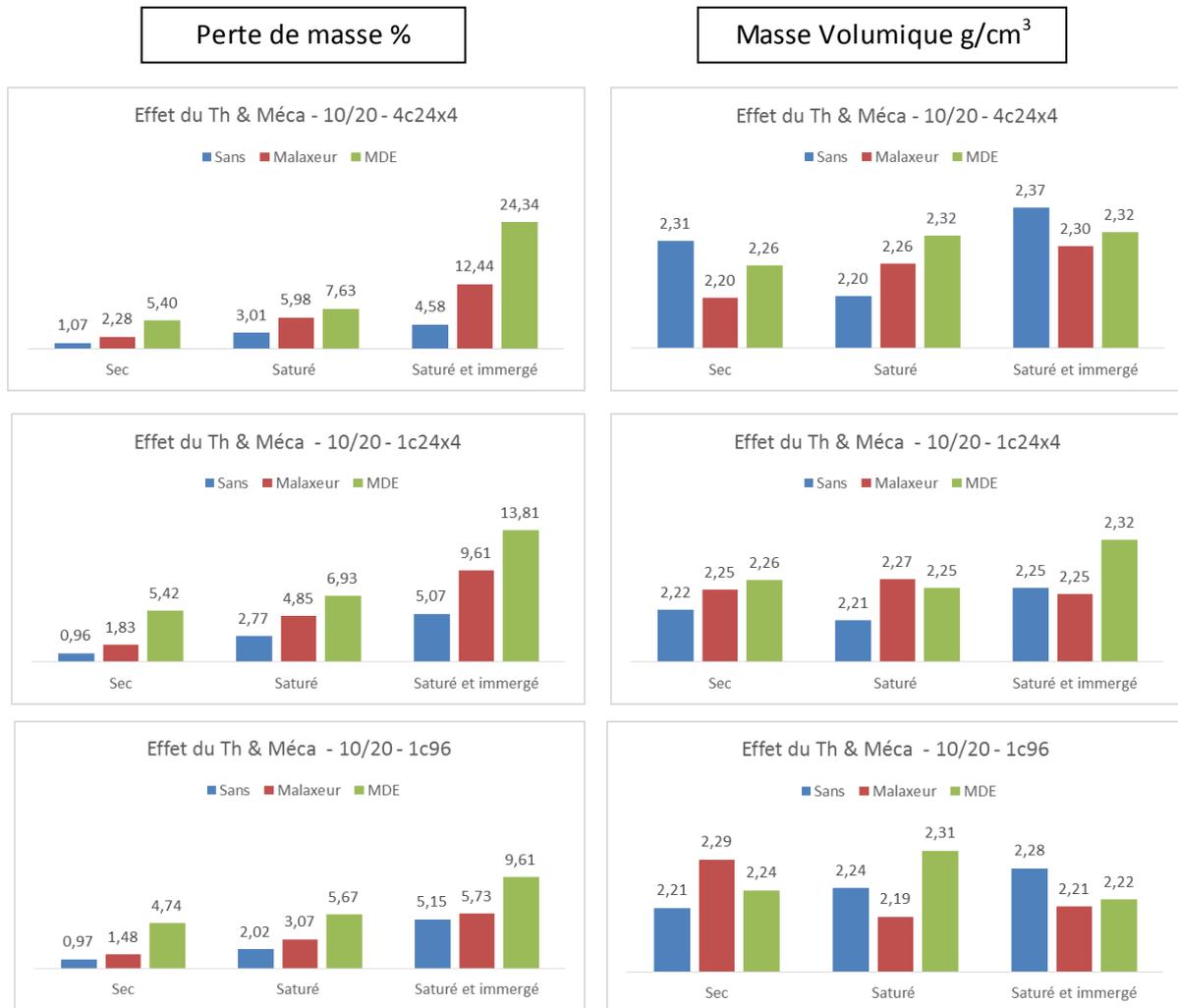


Figure 79 Analyse multicritères de l'influence des cycles de gel-gel sur la perte de masse et la masse volumique des granulats traités – Granulats 4/10 mm

Pour les températures de gel/dégel choisies et les vitesses de montée et descente en température, il ressort que la solution optimale est :

- 4 cycles sur 24h, répétés 4 fois -> 96h
- Saturation pendant 24h et cycles réalisés en condition d'immersion
- Post traitement mécanique par usure type microdeval

ON peut cependant remarquer que l'influence de l'état de saturation est moins marqué pour le cycle long (1 cycle de 96h) en terme d'évolution des masses volumiques.

Cependant, les mesures de masse volumique indiquent que la qualité des granulats post traitement est nettement moins satisfaisante que lors des essais de l'étude exploratoire lorsque les essais avaient été menés à très basse température (-18°C) sur une période de 3 semaines, avec des périodes d'application des températures de gel plus longues.

Rappelons ici que les conditions d'application des cycles gel-dégel ont été définies en réunion du GT1 de façon à ce que celles-ci puissent être transposées à une échelle industrielle.

Ci-après quelques photos illustrent pour le procédé 4 cycles/24hx4 l'aspect des granulats à la sortie de l'enceinte thermique pour les granulats immergés () puis l'influence du mode de saturation pour un post traitement mécanique par micro Deval et enfin l'influence du traitement mécanique pour un état de saturation « saturé/immergé ».

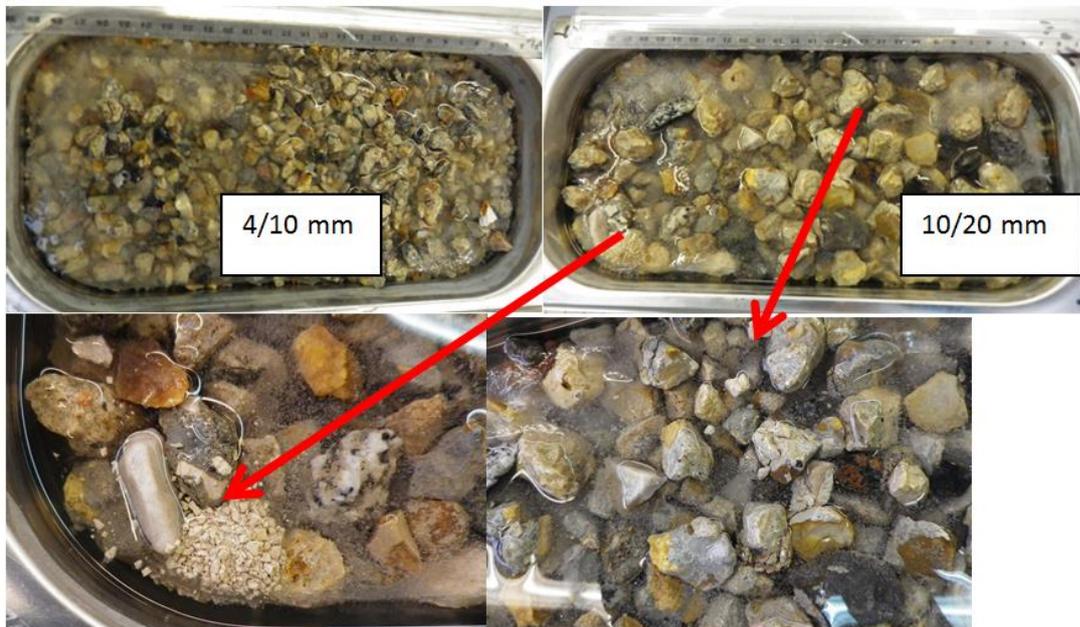


Figure 80. Aspect des granulats à la sortie de l'enceinte thermique

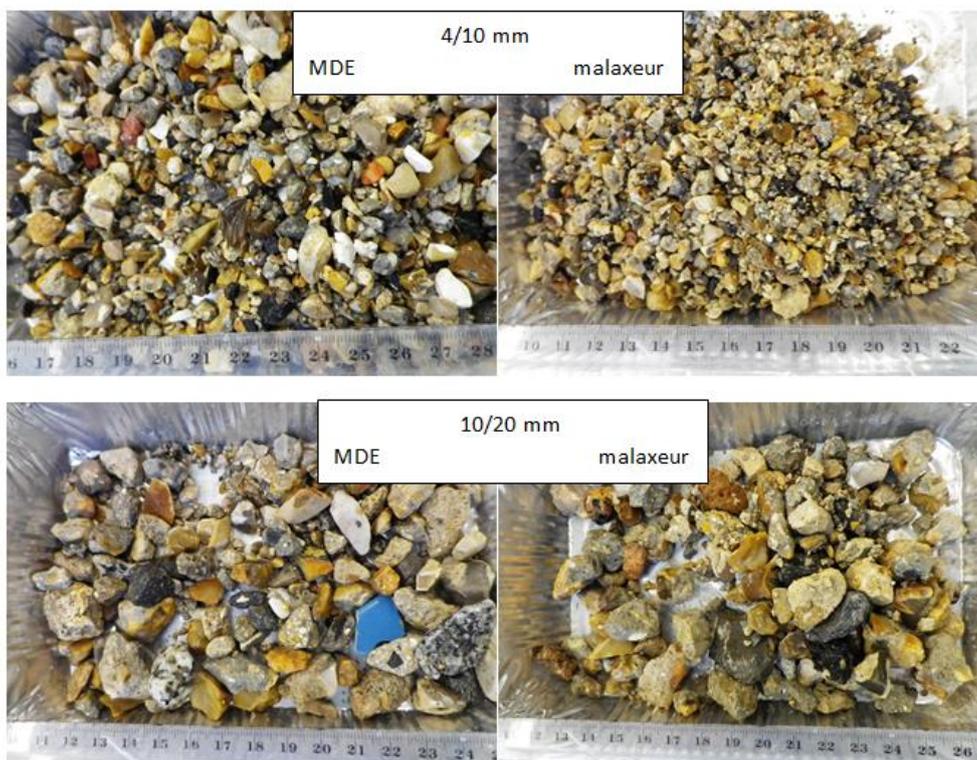


Figure 81. Influence du traitement mécanique pour les granulats saturés immergés

C.2.2.2 Effet du mode de saturation

L'influence du mode de saturation sur la perte de masse est présentée ci-après en valeur relative avec comme valeur de référence un traitement sur granulats secs.

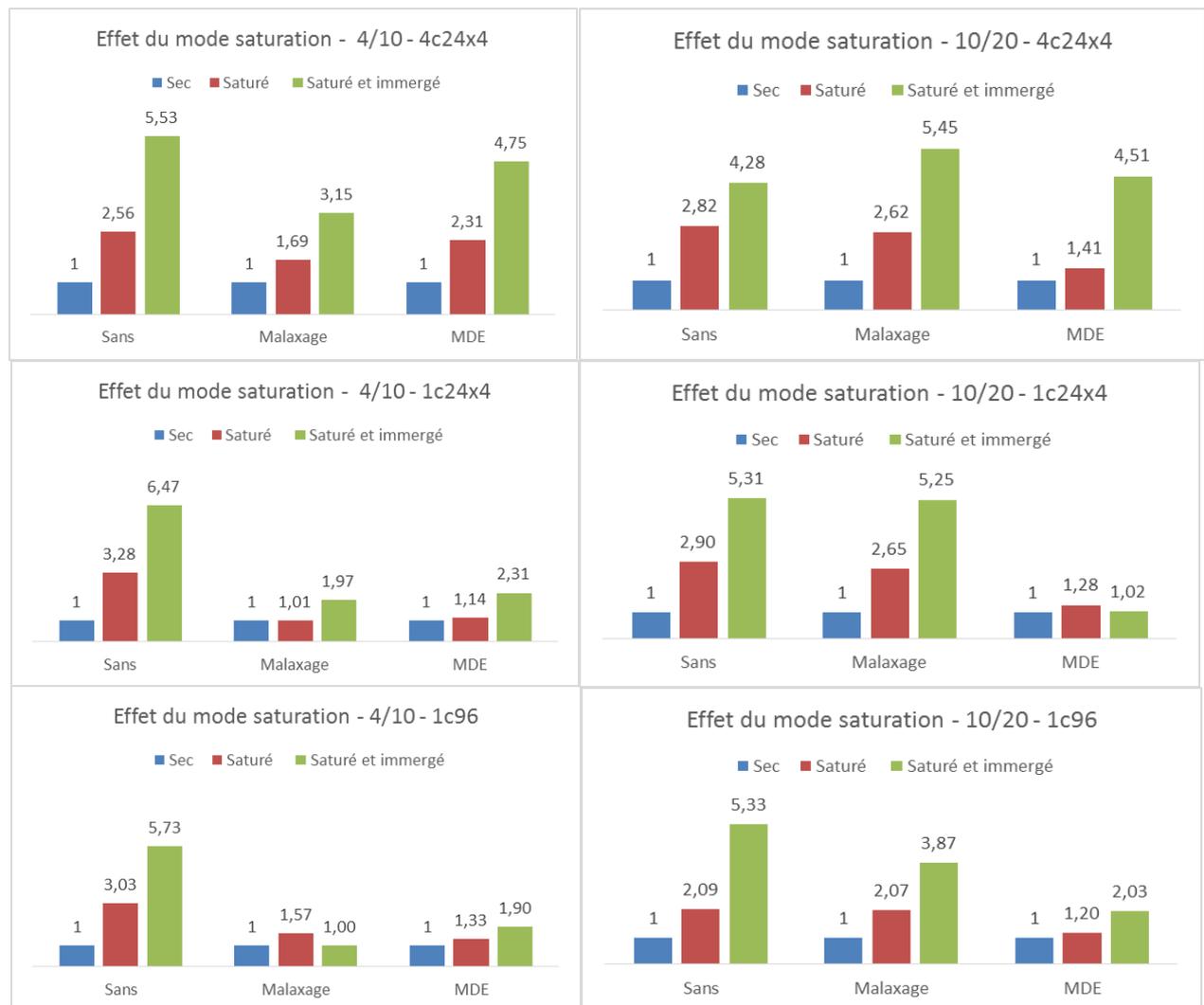


Figure 82. Effet du mode de saturation sur la perte de masse

C.2.2.3 Choix du post traitement

L'influence du type de post traitement sur la perte de masse est présenté ci-après en valeur relative avec comme valeur de référence aucun post- traitement mécanique.

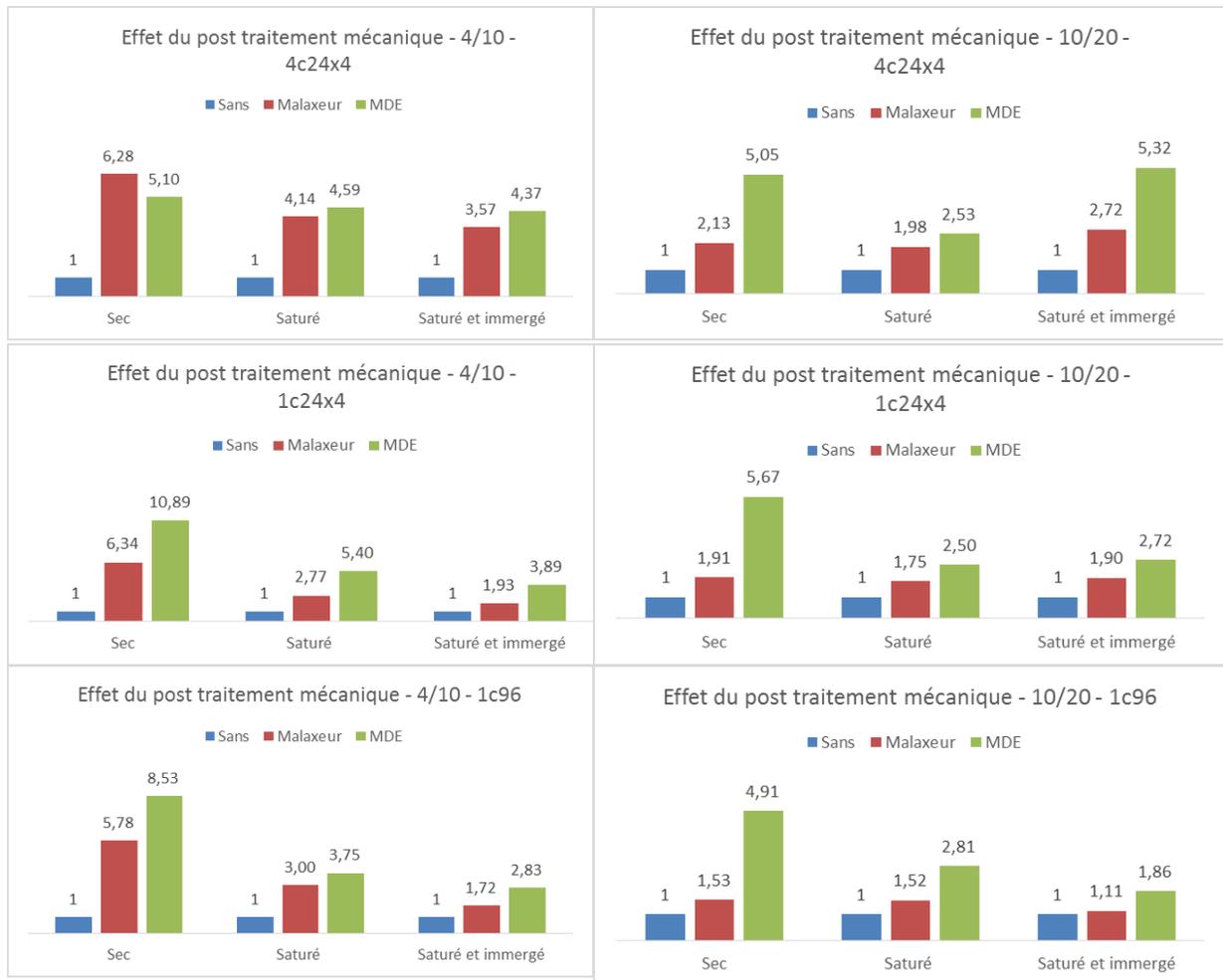


Figure 83. Effet du mode de saturation sur la perte de masse

C.2.2.4 Conclusions : détermination des paramètres du thermomécanisme froid

Le choix des paramètres optimaux à l'issue de cette analyse est donc le suivant :

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
18	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24hx4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	

D Approfondissement de scénarios optimisés

D.1 Introduction

Dans cette partie de l'étude, quelques scénarios étudiés précédemment sont approfondis. Les granulats traités sont le recyclé Recybéton GR4 10-20 mm mais également plusieurs ballasts. Cette étude sur ballast a pour but de réduire en amont le concassage et de directement nettoyer des gravats plus grossiers.

Pour sélectionner les scénarios de traitement thermomécanique, il n'était pas possible de se baser sur les pertes de masses les plus élevées et/ou sur les masses volumiques obtenues post traitement les plus élevées puisque d'une part ces deux critères n'évoluent pas de la même façon et que d'autre part ces critères de sélection ne garantissent pas de choisir un procédé qui ne conduit pas à la détérioration des granulats. Pour cela, seule une observation de l'état des granulats post traitement permettrait de calculer un rendement du procédé. Ce calcul sera fait pour les procédés étudiés ici. Ainsi, pour le traitement thermomécanique chaud, nous ne retiendrons pas nécessairement les procédés 27.4 (GR4 10-20 mm) et 19.2 (GR8 ballast) mis en exergue dans le chapitre précédent.

Dans ce qui suit, une estimation de l'énergie nécessaire au traitement thermique est proposée ainsi qu'un calcul de la quantité d'eau nécessaire au refroidissement du granulat à la sortie du four. Ces critères supplémentaires aideront au choix du procédé qui sera approfondi en traitement thermomécanique chaud.

Pour le traitement thermo mécanique froid, le procédé 18 sera retenu pour le GR4 10-20 mm. Pour les ballasts, un post traitement par boulet sera aussi envisagé.

D.2 Estimation des coûts environnementaux et économiques des procédés sélectionnés

Nous présentons ci-dessous, les valeurs de consommation énergétique identifiées dans la littérature en fonction des traitements, de leur efficacité et difficulté à mettre en oeuvre.

Treatment	Ease of Use	Energy consumption	max efficiency (% mass loss)	Difficulties	Tested in our laboratory
Mechanical	Easy.	LA:2kWh/ton*	60	Shocks LA : aggregate damage	Yes: wear
Ultra sound	Specific equipment for industrial use.	12 kWh /ton	70	health	no
High temperature	Easy, similar to cement fabrication.		20	Aggregates damage	yes
Low temperature	Specific equipment for industrial use.	-	-	Obtaining a very low temperature	yes
Microwave	Specific equipment for industrial use.	-	71	Health	yes
Chemical	Not possible at industrial scale.	no	total	Health, waste issued from treatment	yes
Thermal-mechanical	Easy (hot).	Close to thermal	45	Aggregates damage	Yes

*Estimé par calcul à partir de la consommation moyenne d'un broyeur à boulet et de son rendement.

Nous proposons ci-dessous une estimation des consommations énergétique pour le traitement thermique selon le schéma présenté Figure 84 pour une tonne de gravats à traiter.(exemple pour une perte de masse de 30%)

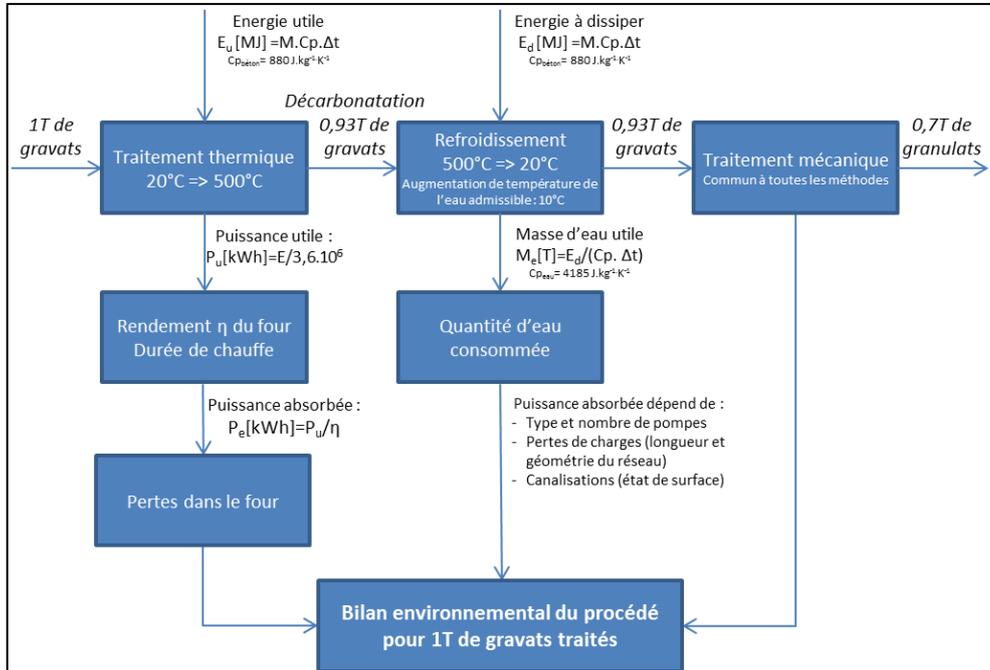


Figure 84 Logigramme du calcul de l'énergie et de l'eau du procédé pour 1 T de gravats à traiter

Ensuite la perte de masse au cours du traitement est intégrée au calcul selon le schéma Figure 85

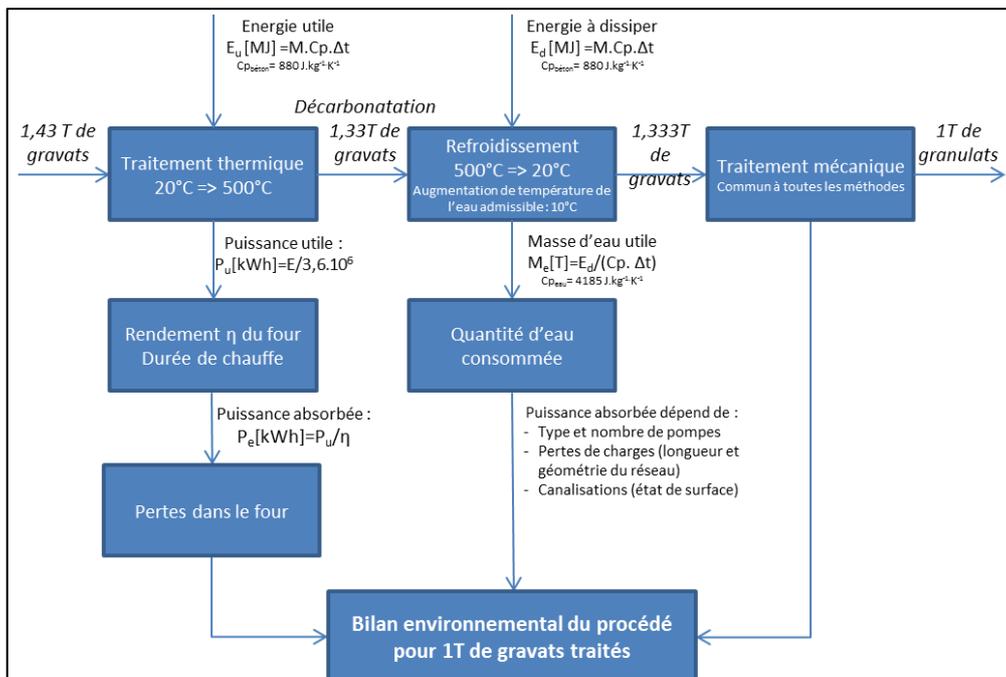


Figure 85 Logigramme du calcul de l'énergie et de l'eau du procédé pour 1 T granulats traités

Calcul de l'énergie nécessaire à la montée en température du béton

Hypothèses :

Matériau béton :	Masse : 1000 kg
	Cp Béton : 880 J/(kg.K)
	Tinitiale Béton : 20 °C
Four :	rendement : 0,8
	Temps de chauffe : 1 h

Ainsi on obtient pour 1T de **matériau à traiter**, respectivement **147kWh/T et 177 kWh/T** pour des températures de 500°C et 600°C.

Prise en compte des déperditions pendant le traitement

Hypothèses : on ne prend pas en compte la montée en température du four

- Température extérieure : 15°C
- Température de chauffe : 500°C ou 600°C pour le béton
- coefficient U des parois égal à 0,5
- chargement à 80% (en volume) du four
- durée de maintien en température 2 ou 4 h

Ainsi on obtient les déperditions suivantes

500°C pendant 2h : **3,5 kWh/T à traiter** ; pendant 4h : **7 kWh/T à traiter**600°C pendant 2h : **4 kWh/T à traiter** ; pendant 4h : **8 kWh/T à traiter****Soit au total**500°C pendant 2h : **150,5 kWh/T à traiter** ; pendant 4h : **154 kWh/T à traiter**600°C pendant 2h : **181 kWh/T à traiter** ; pendant 4h : **185 kWh/T à traiter**

Pour le calcul de la consommation d'eau, on calcule la quantité d'eau nécessaire au refroidissement lorsque celui-ci s'effectue dans l'eau. On admet une température maximale de l'eau de 50°C.

Hypothèses :

Matériau béton :	
	Cp Béton : 880 J/(kg.K)
	Tinitiale Béton : 20 °C
Eau :	Cp eau: 4185 J/(kg.K)
	Tinitiale Eau: 15 °C, 5°C ou 0°C
	Tfinale Eau: 50 °C
	Rendement de l'échange : 1

Ainsi on obtient pour une tonne de matériau à refroidir

- **2,9 m³ d'eau pour un traitement à 500°C et 3,5 m³ d'eau pour un traitement à 600°C avec une eau à température ambiante.**
- **2,25 m³ d'eau pour un traitement à 500°C et 2,7m³ d'eau pour un traitement à 600°C avec une eau froide.**
- **2,0 m³ d'eau pour un traitement à 500°C et 2,4 m³ d'eau pour un traitement à 600°C avec la glace.**

L'énergie nécessaire à produire la glace est négligée

En intégrant maintenant la perte de masse, ou plus exactement la proportion de matériau obtenue après traitement, on obtient les valeurs présentées Tableau 30 **pour 1 tonne de matériau traité supposé nettoyé** (ce qui n'est bien évidemment pas garanti).

Tableau 30 Bilan des consommations énergétiques procédé thermique

Nr.	P1	P3	P4	P5	P6	md1	md2	Energie (kWh)	Eau (m3)
1	LS 32/64	2h	500	2h	dans le four	399,79	371,82	161,2	
2	LS 32/64	2	600	2	dans le four	420,95	353,23	215,2	
3	LS 32/64	1	500	2	dans le four	498,04	456,64	163,5	
4	LS 32/64	1	600	3	dans le four	416,7	394,26	191,3	
5	LS 32/64	1	500	2	dans le four	486,19	434,75	167,5	
6	LS 32/64	1	600	2	dans le four	455,25	403,25	204,1	
6,1	LS 32/64	1	600	2	dans le four	479,7	429,73	201,8	
7	LS 32/64	1	500	2	température de la pièce	413,91	376,35	164,8	
8	LS 32/64	1	500	2	température de la pièce	449,49	398,02	169,1	
9	LS 32/64	1	600	2	température de la pièce	417,49	369,23	204,4	
10	LS 32/64	1	600	2	température de la pièce	447,24	406,21	199,1	
10,1	LS 32/64	1	600	2	température de la pièce	435,08	398,02	197,7	
14,1	LS 32/65	2	600	2	dans le four	330,02	103,68	568,1	
14,2	LS 32/65	2	600	2	dans le four	370,93	310,9	215,4	
15	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	2523,82	2266,04	201,4	
16	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	2521,95	2260,68	201,7	
17,1	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	499,21	414,93	217,2	
17,2	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	500,16	171,62	520,5	
17,3	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	503,32	259,97	347,1	
17,4	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	499,11	232,1	385,1	
18,1	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	500,16	408,29	221,1	
18,2	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	500,4	180	496,7	
18,3	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	501,09	260,21	345,3	
18,4	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	499,34	223,7	399,6	
18,5	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	500,59	263,49	340,7	
19,1	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	499,21	414,93	217,2	
19,2	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	501,62	168,5	531,6	
19,3	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	500,51	305,62	294,2	
19,4	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	501,64	307,36	293,2	
19,5	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	500,68	307,86	292,2	
19,6	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	500,32	353,42	254,9	
19,7	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	499,99	263,18	340,7	
20,1	RS 10/20	1	500	2	température de la pièce	503	433,24	173,8	
20,2	RS 10/20	1	500	2	température de la pièce	502,5	211,18	352,5	
21,1	LS 32/64	1	600	4	température de la pièce	509,48	384,41	242,9	
21,2	LS 32/64	1	600	4	eau du robinet	497,3	390,77	233,5	4,43
22,1	LS 32/64	1	600	4	eau du robinet	496,91	266,4	338,6	6,50
22,2	LS 32/64	1	600	4	eau du robinet	501,4	247,94	366,4	7,05
23,1	RS 10/20	1	600	4	température de la pièce	500,3	319,62	285,4	
23,2	RS 10/20	1	600	4	température de la pièce	499,21	298,2	304,7	
23,3	RS 10/20	1	600	4	température de la pièce	501,75	229,96	394,7	
23,4	RS 10/20	1	600	4	température de la pièce	501,5	337,12	271,6	
23,5	RS 10/20	1	600	4	température de la pièce	500,18	236,23	383,2	
24,1	RS 10/20	1	600	4	eau du robinet	500,79	278,85	326,3	6,26
24,2	RS 10/20	1	600	4	eau du robinet	500,9	248,31	365,5	7,03
24,3	RS 10/20	1	600	4	eau du robinet	500,36	242,83	373,2	7,18
24,4	RS 10/20	1	600	4	eau du robinet	501,24	320,24	285,4	5,45
24,5	RS 10/20	1	600	4	eau du robinet	500,62	245,95	368,7	7,09
25,1	RS 10/20	1	600	4	masse de glace	500,79	305,74	298,3	4,00
25,2	RS 10/20	1	600	4	masse de glace	500,34	286,94	317,0	4,25
25,4	RS 10/20	1	600	4	masse de glace	500,6	331,82	275,4	3,68
25,5	RS 10/20	1	600	4	masse de glace	499,1	235,77	383,2	5,16
26,1	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	491,32	377,64	238,6	3,17
26,2	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	498,39	219,37	410,6	5,54
26,3	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	506,6	220,47	415,2	5,60
26,4	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	495,22	176,88	504,2	6,83
27,1	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	494,75	351,78	257,2	3,43
27,2	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	501,81	201,02	450,4	6,09
27,3	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	502,13	208,84	434,1	5,86
27,4	LS 32/64	1	600	4	masse de glace	503,76	175,33	517,2	7,01
28,1	RS 10/20	1	600	2	masse de glace	499,24	293,61	305,3	4,15
28,2	RS 10/20	1	600	2	masse de glace	500,09	281,07	319,3	4,34
28,4	RS 10/20	1	600	2	masse de glace	499,97	334,83	268,6	3,64
28,5	RS 10/20	1	600	2	masse de glace	499,95	246,61	363,3	4,94
29,1	RS 10/20	1	600	2	eau froide	500,01	264,41	339,1	5,13
29,2	RS 10/20	1	600	2	eau froide	501,45	251,67	357,1	5,40
29,4	RS 10/20	1	600	2	eau froide	500,1	315,03	285,3	4,30
29,5	RS 10/20	1	600	2	eau froide	502,46	201,37	446,2	6,76
17,5R	RS 10/20	1	600	2	température de la pièce	501,86	221,06	406,3	

D.3 Traitement complet avec contrôle de la qualité des granulats nettoyés sur 1 protocole par procédé

L'objectif de cette partie est de réaliser un contrôle complet des propriétés des granulats traités pour un procédé choisi.

Les procédés choisis sont ceux qui nous ont semblé les plus industrialisables, les moins consommateurs d'énergie et qui présentent un moindre risque d'endommagement des granulats. Ainsi, la durée de 25 minutes avec les petites billes n'a pas été retenue même si les pertes de masses et masses volumiques obtenues indiquaient un meilleur résultat (cf & C) car on considère qu'il y a un risque d'endommagement du granulat par usure. De même la durée de traitement a été limitée à 2h pour éviter l'endommagement du granulat et également la durée du processus.

Comme il a été constaté précédemment qu'il n'y a pas de procédé qui conduit à un état nettoyé satisfaisant à 100%, le premier critère de choix sera - pour chaque type de granulat recyclé 10/20 ou Ballast - l'énergie minimale nécessaire pour obtenir une tonne de granulat traité (cf Tableau 30). Ce choix est risqué car appliqué à l'extrême il conduirait à prendre un granulat non traité pour lequel on récupère 100% du matériau et qui ne nécessite aucune énergie. Il va à l'opposé du critère d'efficacité perte de masse mais la suite de l'étude confirmera qu'une perte de masse élevée n'est pas corrélée à une proportion élevée de granulats propres et non endommagés.

Cependant nous intégrons les valeurs des paramètres qui avaient été déterminées (soit à éliminer, soit à prendre nécessairement) au paragraphe précédent à savoir :

- éliminer certaines valeurs de paramètres qui n'apportent pas d'amélioration significative ou qui sont inapplicables à l'échelle industrielle :
 - P2 : Pré-saturation qui n'apporte pas d'amélioration significative
 - P3 : Montée lente en température (2h au lieu de 1h) qui n'apporte pas d'amélioration significative et qui générerait un coût énergétique supplémentaire
 - P6 : Refroidissement dans l'eau glacée qui apporterait une légère amélioration mais qui est dangereuse et difficilement applicable et le refroidissement rapide (glace) pour le gravier pour lequel les résultats sont dispersés et pas suffisamment significatifs
 - P9 : utilisation des résidus sans bille ne donne pas satisfaction et un traitement avec successivement des boulets et des billes qui n'apporte pas une amélioration significative
- Il est aussi possible de choisir définitivement certains paramètres :
 - P4 : la température à appliquer est de **600°C** pour garantir une détérioration du mortier
 - P5 : **2h de traitement pour le gravier recybeton GR4 10-20 mm** sont suffisants

En prenant en compte ces impératifs et le critère énergétique évoqué précédemment, nous sommes amené à choisir le procédé 17.1 pour le recybeton 10-20 mm.

Ainsi pour le granulat recyclé GR4 - Recybeton – 10/20 mm, les procédés thermomécaniques chaud et froid retenus sont :

TMC :

P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
10/20	Non Saturé	1h	600°C	2h	Température ambiante	10 min	~ 500g	billes	1/5	Tamissage 1.6 mm

TMF :

P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~ 400g	MDE	billes	T 1.6 mm

Le contrôle des propriétés des granulats est fait selon le schéma présenté

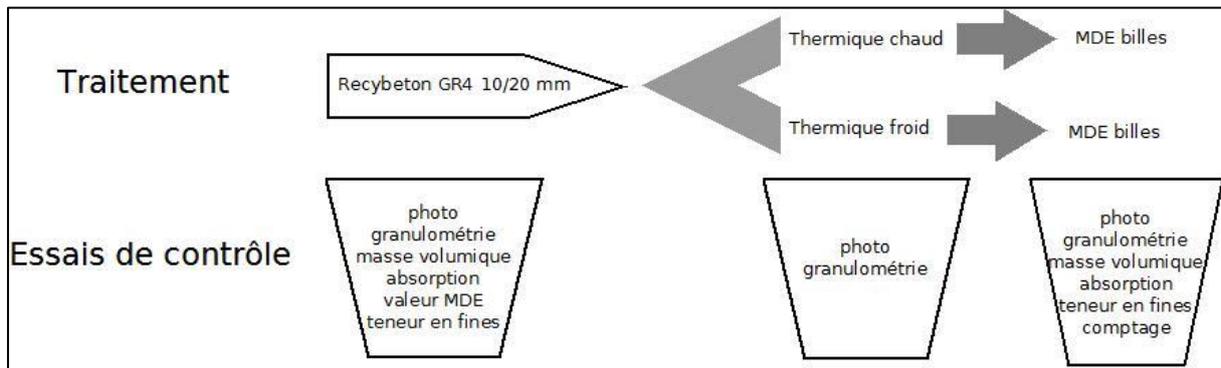


Figure 86. Essais de contrôle réalisés aux différentes étapes du traitement Recybeton 10/20 GR4

Les résultats de perte de masse et d'évolution des masses volumiques sont présentés Tableau 31. La quantité de résidus récupérés entre les tamis 80 µm et 1,6mm après le traitement MDE est également calculée.

Tableau 31 Pertes de masse et masses volumiques à différentes étapes des traitements thermo mécaniques – Recybéton 10/20 mm

Chaud		10/20 Recybéton		Froid		10/20 Recybéton		
Perte de masse T.T	%	4,46	4,73	Perte de masse T.T	%	4,98	3,77	
Moyenne Perte après T.T	%	4,59		Moyenne Perte après T.T	%	4,38		
Perte après MDE	%	28,74	22,43	Perte après MDE	%	10,39	12,79	10,88
		billes	billes			billes	billes	billes
Moyenne Perte après MDE	%	25,59		Moyenne Perte après MDE	%	11,35		
		Billes				billes		
Perte complete	%	31,79	25,93	Perte complete	%	17,66	16,01	15,75
Moyenne Perte totale	%	28,86		Moyenne perte totale	%	16,47		
Résidus	%	9,35	10,20	Résidus	%	2,45	1,45	
Moyenne Résidus		9,77		Moyenne résidus	%	1,95		
Masse vol ini		2,24		Masse vol ini		2,24		
Masse vol après traitement		2,21		Masse vol après traitement		2,29		
Masse vol Granulat parent		-		Masse vol Granulat parent		-		

Les résultats de l'évolution des courbes granulométriques sont présentés Figure 87. Deux essais ont été menés sur le TMF.

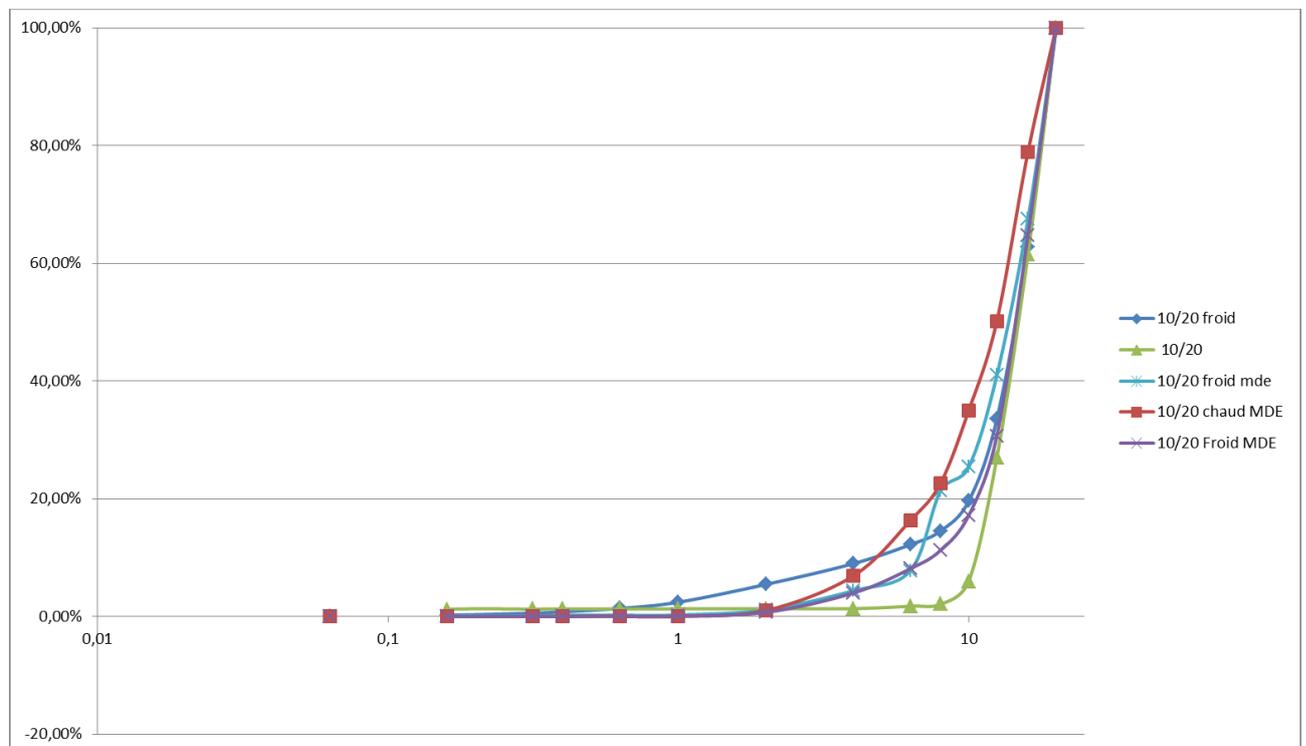


Figure 87 Squelettes granulaires à différentes étapes du traitement Recybéton 10/20 mm

On constate qu'en termes de perte de masse, le traitement thermomécanique chaud donne de meilleurs résultats. La mesure des résidus et l'évolution des squelettes granulaires confirment ce résultat. On peut également noter que la perte de masse est principalement constituée d'éléments inférieurs à 80 µm. Ce qui ne se retrouve pas sur l'évolution des masses volumiques. On constate que le post traitement mécanique est indispensable au détachement du mortier. Cependant ces traitements ne sont pas complets. En effet, les résultats sont assez décevants au regard des masses volumiques obtenues. C'est pourquoi nous avons poussé plus loin les investigations et une sélection des granulats selon leur qualité de nettoyage a été faite sur la base des observations.

Les observations des photos réalisées montrent que le traitement thermomécanique chaud conduit à la fracture de plusieurs granulats parents pour les recyclés GR4 Recybeton (cf Figure 88), ce qui est en accord avec la bibliographie puisque ces granulats sont silico-calcaires. Une mesure de la masse volumique de ces granulats totalement propres mais endommagés a été faite et nous obtenons une masse volumique de 2,35 g/cm³ et un coefficient d'absorption de 2,41% et une porosité de 5,67%. Ces valeurs expliquent en partie pourquoi les masses volumiques des granulats traités sont nettement inférieures à celles de granulats naturels : un granulats endommagé (fracturé en partie, Figure 88), crée une augmentation de la porosité favorisant l'absorption d'eau et de ce fait la baisse de la masse volumique. La masse volumique élevée n'est donc pas à attribuer à la seule présence de mortier. Des mesures des masses volumiques des granulats selon leur qualité ont été réalisées sur les ballasts Homemade et sont présentées au paragraphe D.4. Elles confirment ce résultat. (cf Tableau 35).



Figure 88 Endommagement des granulats Recybeton 10/20 « propres » - TTM chaud

Cet endommagement des granulats n'est pas observé sur les granulats traités au froid.



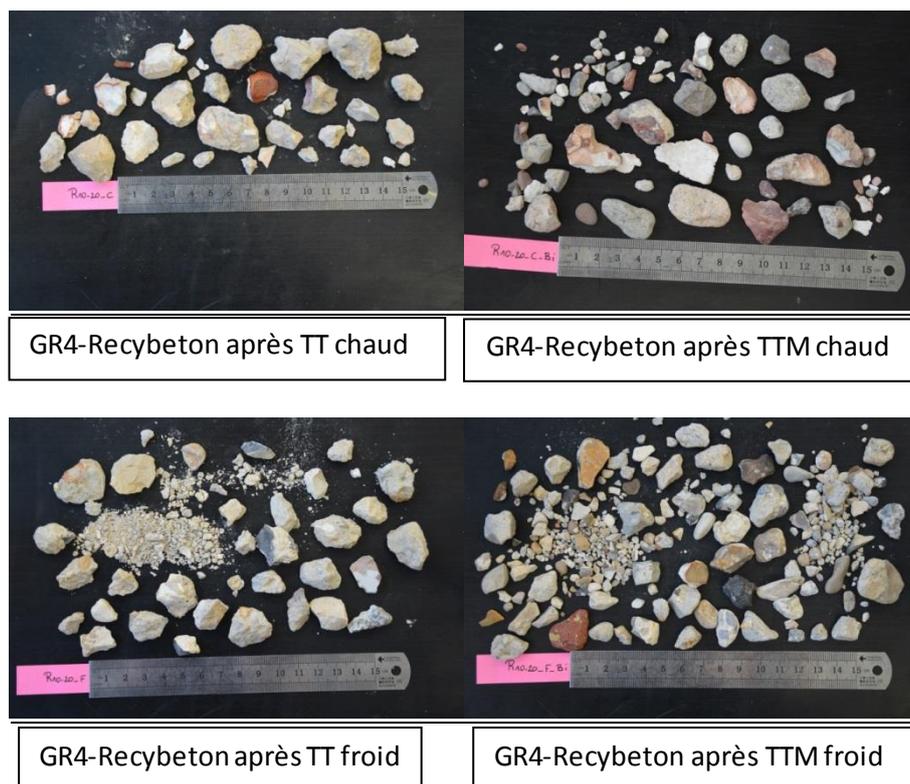


Figure 89 Evolution des GR4 10-20 mm à différentes étapes du traitement – contrôles visuels

Un comptage de ces granulats selon leur qualité a été réalisé.

Ainsi **pour le traitement thermomécanique chaud** il a été observé que seuls 19% des granulats étaient nettoyés et non endommagés ; 24% sont nettoyés mais endommagés ; il a été compté 18% de mortier résiduel détaché et 27 % de granulats partiellement nettoyés (mortier encore accolé au granulat parent). Le reste est composé d'éléments fins en mélange (propre, mortier, mélange). Rappelons ici que le rendement de l'essai est de 70% (perte de masse de 30%). **Ainsi pour 1 t de matériau à traiter seuls 0,19*0,7 = 130 kg sont nettoyés propres non endommagés.**

Pour le traitement thermomécanique froid il a été observé que seuls 29% des granulats étaient nettoyés et non endommagés ; il a été compté 22% de mortier résiduel détaché et 31% de granulats partiellement nettoyés (mortier encore accolé au granulat parent). Le reste est composé d'éléments fins. Les granulats ne sont cependant pas endommagés. Rappelons ici que le rendement de l'essai est de 83% (perte de masse de 17%). **Ainsi pour 1 t de matériau à traiter seuls 0,29*0,83 = 240 kg sont nettoyés propres non endommagés.**

On confirme ici qu'une perte de masse élevée n'est pas corrélée à un traitement efficace.

Une mesure des masses volumiques de ces granulats triés permettra de conclure sur l'efficacité de ce traitement. Cette mesure a été faite sur les granulats Homemade pour lesquels les propriétés du granulat parent sont connues (cf essais sur ballast Home Made au paragraphe suivant). Cette mesure n'a pas pu être faite systématiquement pour les procédés dans le cadre de l'étude.

D.4 Essais complémentaires sur ballast

D.4.1 Matériaux d'étude

D.4.1.1 Ballast recyclé de béton « home made »

Les matériaux utilisés ici sont le GR8 40-80 mm fabriqué en laboratoire (cf & B.2.1.)

D.4.1.2 Ballast recyclé de béton Recybéton

Dans le cadre du Projet National, il a été possible de récupérer des « ballasts » du GR4 qui avaient été produits pour l'étude « Influence du type de concassage sur les différentes fractions granulaires ».

Il s'agit d'un ballast 40/100 mm.

D.4.1.3 Ballast recyclé de béton non gélif

Lors des réunions du GT1, il a été suggéré de tester le procédé thermomécanique froid sur un béton de démolition ayant été formulé dans le but de résister aux cycles gel-dégel. Le Ceidre TEGG-EDF d'Aix en Provence nous a fait parvenir une éprouvette 16x32cm d'un béton non gélif Haute performances de résistances mécanique proche de 100 MPa en compression. Pour cette raison nous n'avons pas été en mesure de concasser ce matériau dans le cadre de la commande. Ce concassage sera fait ultérieurement et les résultats seront versés au PN ultérieurement.

D.4.2 Procédés étudiés et Essais réalisés

Afin de comparer les résultats avec ceux obtenus sur le Recybeton 10/20, le même séquençement a été appliqué. Ce séquençement correspond aussi à la consommation énergétique minimale selon le Tableau 30. À ceci près que le critère énergétique indique le procédé 4 et nous choisirons le procédé 9 qui se différencie du 4 par le mode de refroidissement à température ambiante pour le 9, dans le four pour le 4. Ce choix se justifie par une optimisation de l'occupation du four qui correspond plus à une application industrielle (arrêts et redémarrage du four à proscrire).

En essai complémentaire, l'effet d'un post traitement par boulets a été étudié sur les thermomécaniques froids. Et les durées de traitement de 2 et 4h du traitement thermique chaud ont été étudiées. Ces processus sont illustrés Figure 90.

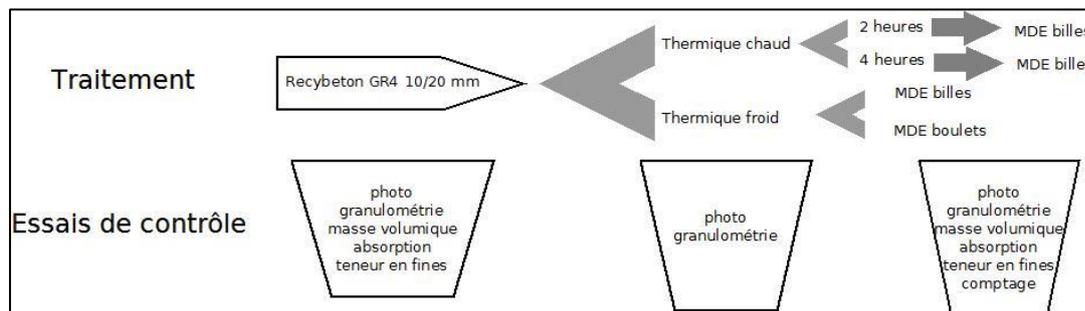


Figure 90. Essais de contrôle aux différentes étapes du traitement Ballast Recybéton GR4 et Ballast Homemade GR8

D.4.3 Résultats et analyse

Les résultats de perte de masse et d'évolution des masses volumiques sont présentés Tableau 32 et Tableau 33. La quantité de résidus récupérés entre les tamis 80 µm et 1,6mm après le traitement MDE est également calculée.

Tableau 32 Pertes de masse et masses volumiques à différentes étapes des traitements thermo mécaniques froids sur graviers et ballast

Froid		10/20 Recybéton			Ballast Recybéton		Home Made Ballast	
Perte de masse T.T	%	4,98	3,77		0,55	0,42	1,07	0,91
Moyenne Perte après T.T	%	4,38			0,48		0,99	
Perte après MDE	%	10,39	12,79	10,88	20,38	30,77	14,73	60,23
		billes	billes	billes	billes	boulets	Billes	Boulets
Moyenne Perte après MDE	%	11,35			20,38	30,77	14,73	60,23
		billes			billes	boulets	Billes	Boulets
Perte complete	%	17,66	16,01	15,75	21,37	31,75	16,08	59,97
Moyenne perte totale	%	16,47			21,37	31,75	16,08	59,97
Résidus	%	2,45	1,45		2,72	12,35	7,91	39,31
Moyenne résidus	%	1,95			2,72	12,35	7,91	39,31
Masse vol ini		2,24			-		2,25	
Masse vol après traitement		2,29			2,25	2,41	2,19	2,27
Masse vol Granulat parent		-			-		2,55	

Tableau 33 Pertes de masse et masses volumiques à différentes étapes des traitements thermo mécaniques chauds sur graviers et ballast

Chaud		10/20 Recybéton		Ballast Recybéton 2h		Ballast Recybéton 4h		Ballast Homemade 2h		Ballast Homemade 4h	
Perte de masse T.T	%	4,46	4,73	4,63	5,06	4,48		3,80	4,01	3,24	
Moyenne Perte après T.T	%	4,59		4,85		4,48		4,48		3,24	
Perte après MDE	%	28,74	22,43	19,65		24,38		22,85		14,06	
		billes	billes	billes		billes		billes		billes	
Moyenne Perte après MDE	%	25,59		19,65		24,38		22,85		14,06	
		Billes		billes		billes		billes		billes	
Perte complete	%	31,79	25,93	30,11		27,62		25,67		16,76	
Moyenne Perte totale	%	28,86		30,11		27,62		25,67		16,76	
Résidus	%	9,35	10,20	13,75		18,56		13,52		7,11	
Moyenne Résidus	%	9,77		13,75		18,56		13,52		7,11	
Masse vol ini		2,24			-			2,25		2,25	
Masse vol après traitement		2,21		2,275		2,12		2,27		2,23	
Masse vol Granulat parent		-		-				2,55		2,55	

Les résultats de l'évolution des courbes granulométriques sont présentés Figure 91 et Figure 92. Deux essais ont été menés sur le TMF.

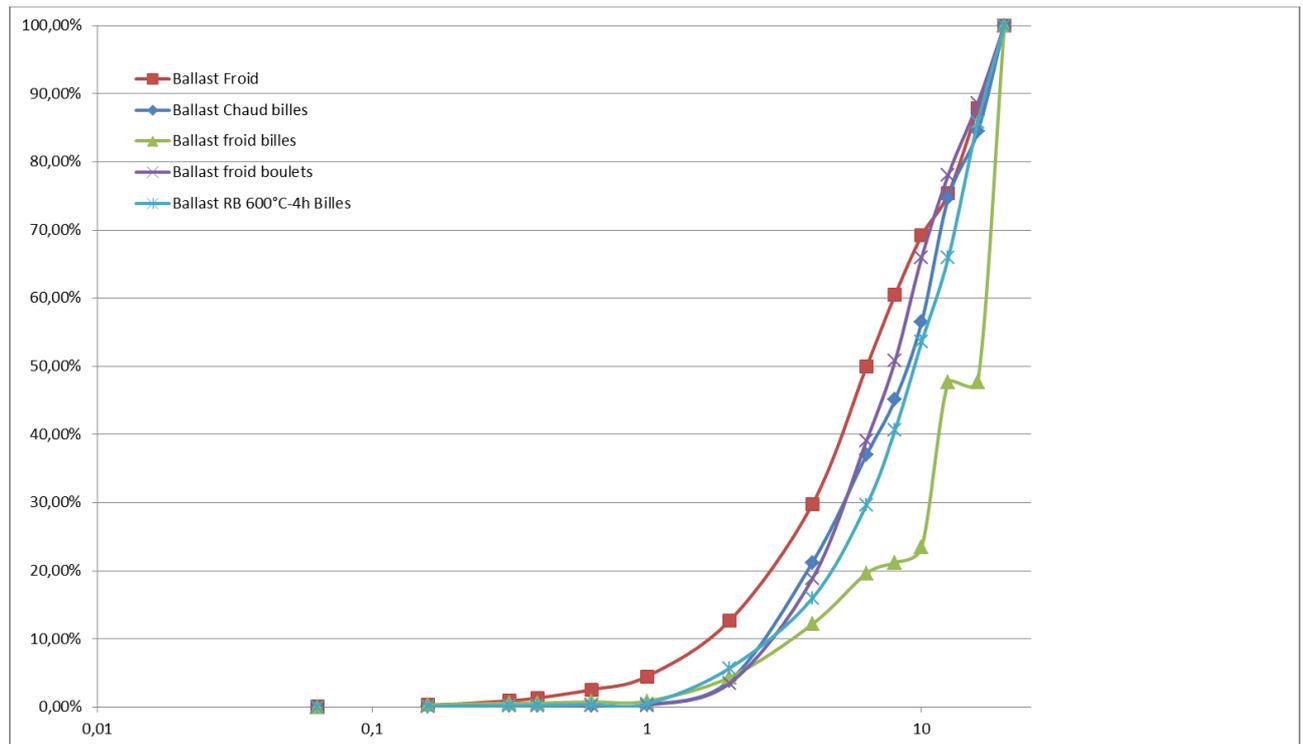


Figure 91 Squelettes granulaires à différentes étapes du traitement Recybéton Ballast

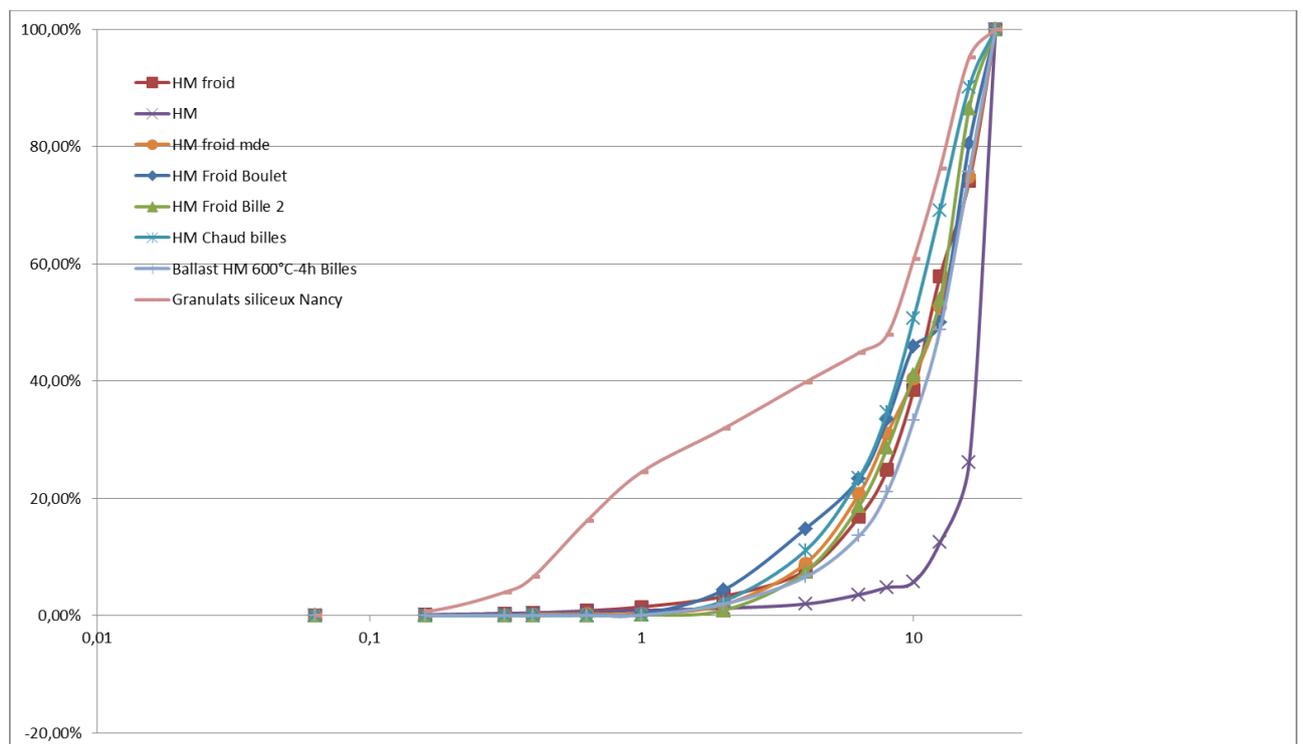


Figure 92 Squelettes granulaires à différentes étapes du traitement Homemade Ballast

Comme précédemment des photos ont été prises à chaque étape du traitement et sont présentées ci-après.

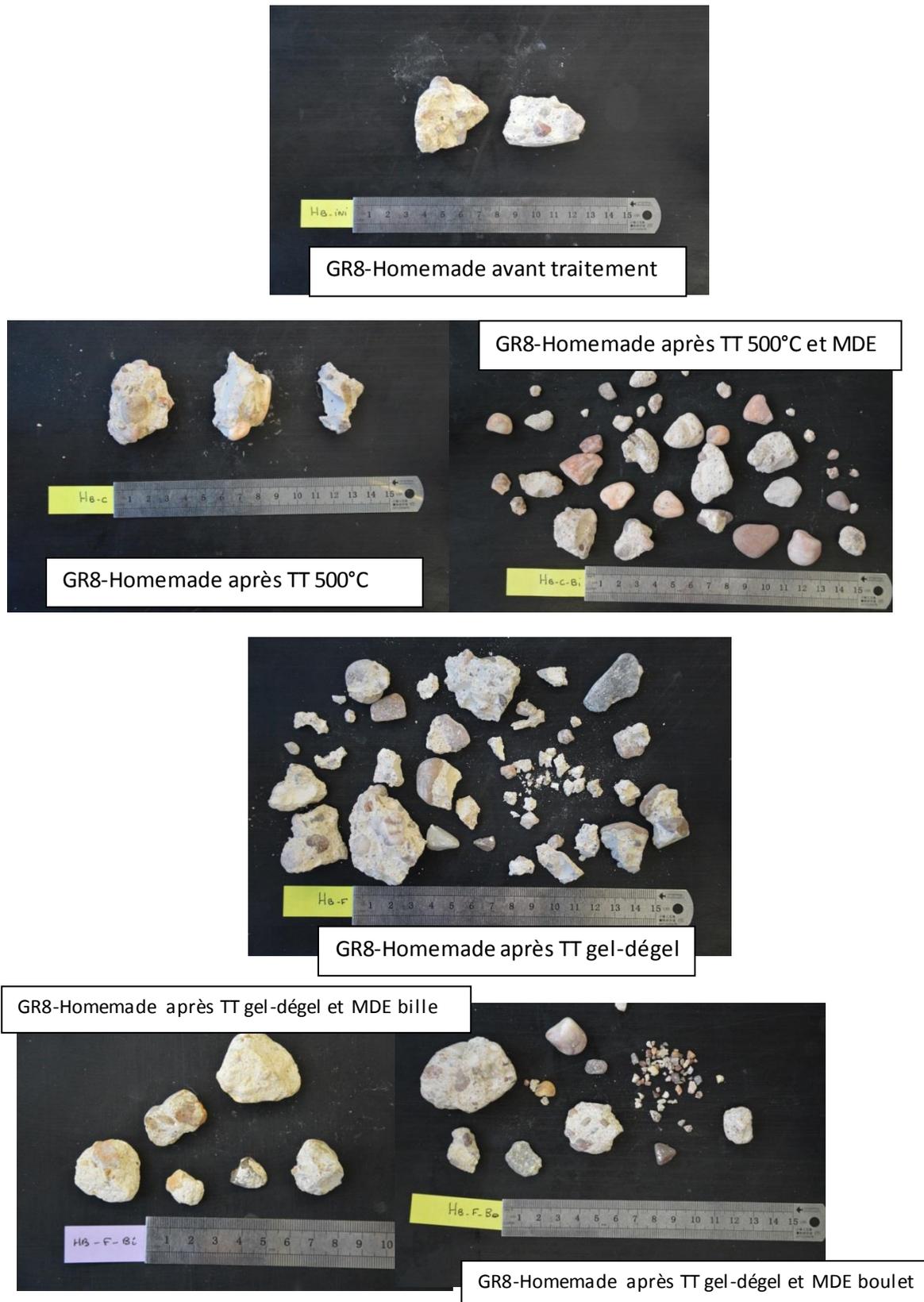


Figure 93 Evolution des Homemade GR8 20-40 mm à différentes étapes du traitement – contrôles visuels



Figure 94 Evolution des RECYBETON 40/100 mm à différentes étapes du traitement – contrôles visuels

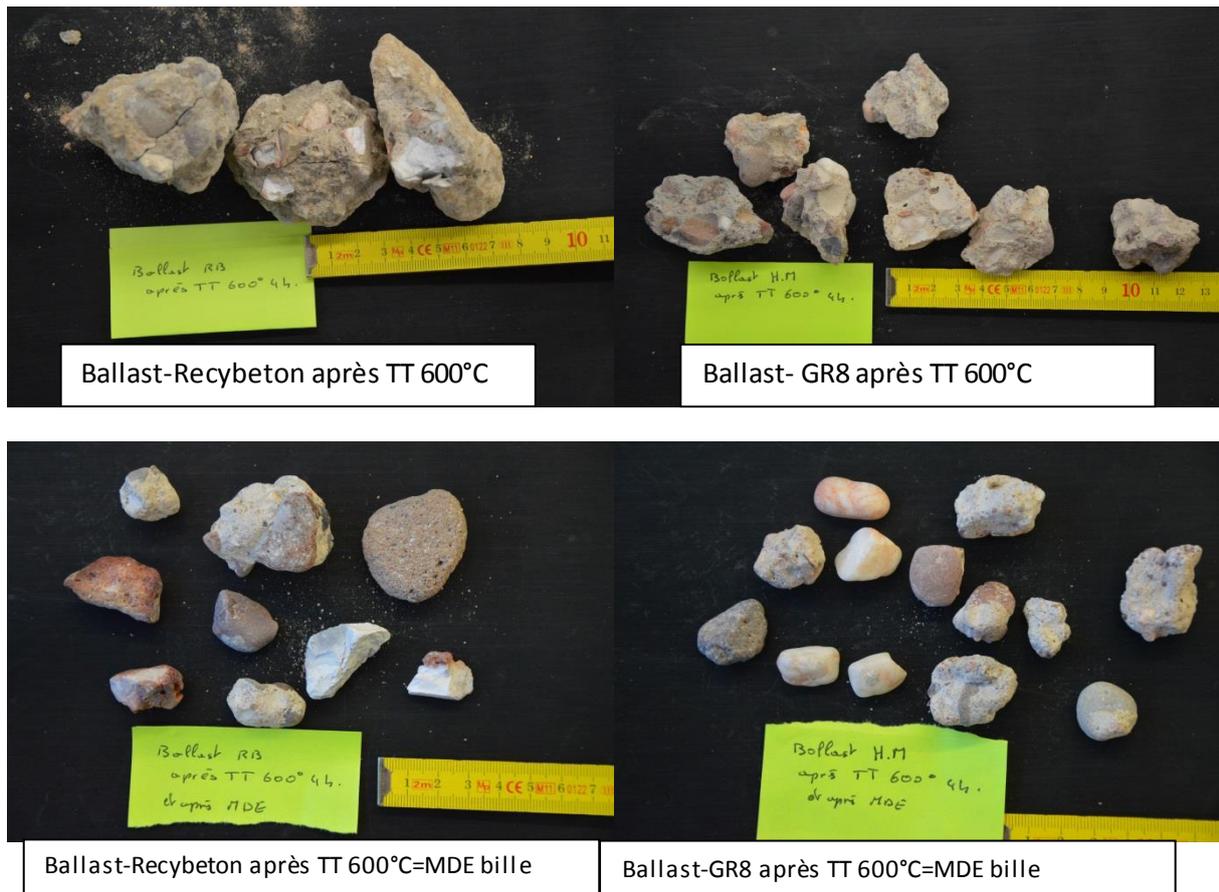


Figure 95 Evolution des ballast Homemade et RECYBETON à différentes étapes du traitement 4h de TT-contrôles visuels

Analyse des résultats

En croisant les résultats d'évolution des masses volumiques et des pertes de masse, il est montré que le post traitement par les billes n'est pas suffisamment efficace, surtout sur froid, mais a contrario un post traitement par boulet engendre un problème d'endommagement des granulats visible sur les photos.

Tous les traitements génèrent une production d'éléments fins (courbe granulométrique) sans que la courbe granulométrique du granulat parent ne soit retrouvée dans sa partie sableuse.

Le traitement thermique sur Homemade n'engendre pas d'éléments fracturés contrairement au traitement appliqué au matériau Recybeton (cf photos). Cette différence s'explique par la nature minéralogique des granulats parents (calcaire ou siliceux). Un granulat 100% siliceux est insensible à une température élevée contrairement à un granulat calcaire (voir l'étude bibliographique).

Les courbes granulométriques mettent en évidence une dispersion des résultats pour les traitements thermiques froids, il est probable qu'ici les cycles soient peu adaptés à la taille du granulat, la période d'exposition au gel est trop courte (1h45).

L'analyse des photos confirme que 4h le traitement à 600°C ne se justifie pas pour le Recybeton car celui-ci accentue l'endommagement sans procurer une augmentation significative de la masse

volumique. Les granulats sont d'autant plus endommagés que la durée d'application est longue (silico-calcaire).

Comme sur le Recybeton 10/20 mm, un comptage des éléments selon leur état a été réalisé pour le ballast Homemade GR8, les proportions de granulats fonction de leur état sont donnés Tableau 34. Ce comptage n'a pas été fait sur les ballas Recybeton car sur les clichés on observe un traitement incomplet.

Tableau 34 Comptage des granulats GR8 20-40 mm selon leur qualité après le traitement

	GR8 C-bille	GR8 F-bille	GR8 F-boulet
Rendement (masse restante par rapport à la masse initiale)	74%	84%	40%
Granulat propre	35%	15%	34%
Granulat partiellement nettoyé	22%	75%	56%
Mortier	23%	9%	0%
Éléments fins	20%	1%	10%
Efficacité pour 1 T de matériau à traiter	26%	13%	14%

Pour le granulat GR8 Homemade, aucun endommagement n'a été constaté. Ceci est dû à l'origine siliceuse du granulat parent. Ainsi l'efficacité du traitement est améliorée puisque plus de granulats sont nettoyés et utilisables.

De plus pour chacune de ces catégories une mesure de la masse volumique, de la porosité et du coefficient d'absorption a été réalisée sur les granulats Homemade GR8 traités par le procédé thermomécanique froid et bille. Pour ce granulat recyclé, la connaissance des propriétés du granulat parent permet de conclure sur l'efficacité du traitement.

Les résultats sont présentés Tableau 35.

Tableau 35 propriétés des granulats traités GR8 TMF billes- fonction la qualité des granulats

	Masse volumique	Porosité	Absorption	
Propre non endommagé	2,72 g/cm ³	2,70%	0,99%	

Partiellement nettoyé	2,39 g/cm ³	8,21%	3,43%	
Mortier	2,09 g/cm ³	17,67%	8,46%	
Granulat non traité	2,25 g/cm ³	0,12	0,06	
Granulat parent 4- 20 mm	2,55 g/cm ³	1%	0,75%	

Ces résultats sont très intéressants car ils confirment qu'un granulat nettoyé retrouve ses propriétés initiales et qu'il est donc possible de proposer une méthode de nettoyage. LA valeur obtenue est même supérieure à celle du granulat parent, probablement parce que l'échantillon analysé est de petit volume (prélèvement). Cependant un tri visuel tel que celui qui a été pratiqué est très difficilement transposable à l'échelle industrielle. De plus les rendements obtenus ne dépassent jamais 26% soit parce que le granulat n'est pas suffisamment nettoyé, soit parce qu'il est endommagé et perd de ce fait ses propriétés (voir propriétés recybeton 10/20 mm endommagé).

D.5 Synthèse et Conclusions

Les résultats sur graviers et ballast sont reportés sur la Figure 96.

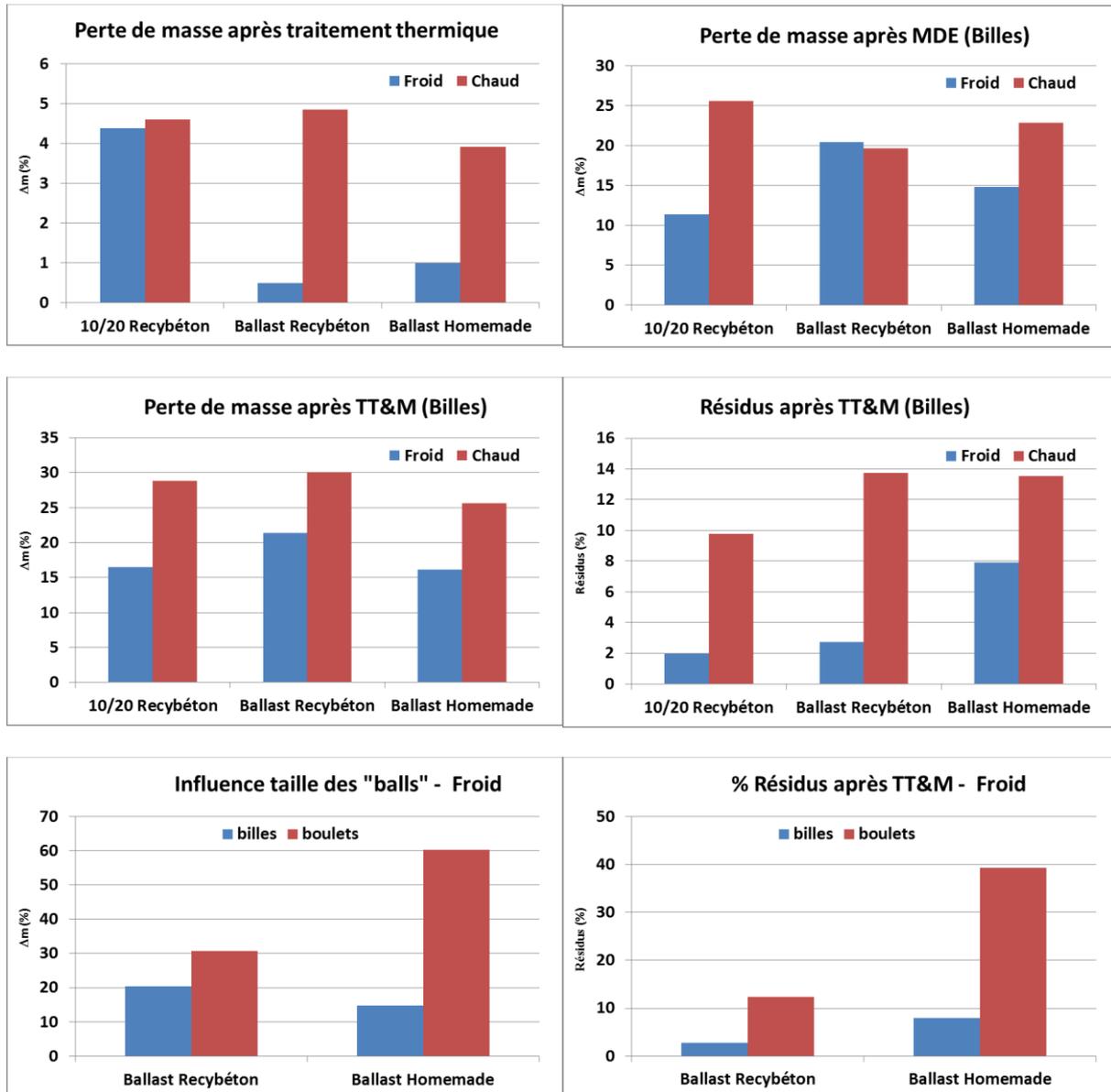


Figure 96 Bilan des essais thermo mécaniques approfondis

En croisant les résultats obtenus sur GR4 10-20 mm, GR40-100 mm et sur GR8 Homemade 20-40 mm il est possible de faire ressortir les points suivants :

Il est possible de proposer un traitement thermomécanique efficace avec des granulats nettoyés de bonne qualité mais il faudrait connaître la nature des granulats parents pour éviter un endommagement dans le cas du traitement chaud. Il semble difficile d’imaginer un test préliminaire avant traitement à l’échelle industrielle. Le traitement par gel-dégel donne des résultats intéressants mais il faudrait l’appliquer sur une durée plus longue tel que celle testée en étude exploratoire ce qui pose un problème d’industrialisation.

L’idée de travailler directement sur ballast pour éviter un concassage préliminaire n’est pas une solution réellement intéressante car il reste de gros morceaux de mortier (cf photos) et il faudrait réitérer le traitement ce qui prolonge sa durée et son ses coûts (économiques et environnementaux). Un procédé néerlandais (smart crushing) propose une nouvelle technologie basée sur un concassage

différent qui nettoierait directement le granulat en le rendant réutilisable (Florea et al., 2014). Cependant le seul critère d'efficacité est la récupération d'une courbe granulométrique proche de celle du granulat parent et aucune mesure de masse volumique ni aucune photo des granulats n'est présente et il est indiqué que la réutilisation de ces granulats entraîne une augmentation de l'eau totale. On peut donc supposer que les granulats ne sont pas réellement nettoyés si leur coefficient d'absorption est augmenté.

Enfin, il est possible d'obtenir des granulats propres non endommagés et donc réutilisables mais cela nécessite un tri post traitement quasi manuel (non industrialisable) pour un rendement très faible.

Revenons enfin sur cet endommagement partiel des granulats qui est un réel problème car les granulats obtenus sont de mauvaise qualité et une perte de leurs propriétés est constatée.

Conclusion générale

À l'issue de cette étude qui contient de nombreux résultats expérimentaux et une analyse bibliographique exhaustive, il a été montré que peu de procédés de nettoyage des granulats recyclés sont susceptibles d'être transposés à l'échelle industrielle à coûts environnementaux donc économiques raisonnables.

Dans la plupart des études de la littérature, l'efficacité d'un traitement est corrélée à la perte de masse, souvent confondue avec le taux de libération des granulats. Il a été montré ici qu'une perte de masse élevée n'est pas nécessairement représentative d'un traitement efficace. Il a été montré ici que pour que le traitement soit efficace, il est nécessaire de contrôler les propriétés du granulat traité, en particulier sa masse volumique et son coefficient d'absorption. Sans connaissance des propriétés du granulat parent, il est difficile de conclure sur le taux de libération du granulat et un contrôle visuel est alors nécessaire. Une étude approfondie de la notion d'efficacité du traitement a été proposée dans cette étude.

Les traitements thermiques à haute température ou à basse température favorisent l'endommagement du mortier qui peut être détaché du granulat parent par un post traitement mécanique. Il ressort de cette étude que ces traitements thermo mécaniques sont les plus facilement industrialisables parmi les traitements identifiés comme efficaces dans l'étude exploratoire et non dangereux pour la santé ou l'environnement. Une étude multi paramètre a été menée sur ces traitements et plusieurs valeurs de ces paramètres ont été optimisées (température à appliquer, état initial de saturation, mode de post traitement mécanique,...). Le critère consommation énergétique contrebalance le critère perte de masse.

Pour le traitement thermique à haute température, une élévation de température à 600°C est nécessaire pour détruire les constituants tels que les CSH et la portlandite. Or cette température conduit à l'endommagement des granulats calcaires ce qui remet en cause un tel traitement pour des bétons formulés avec des granulats calcaire et silico calcaire.

Pour le traitement thermique à basse température, les conditions industrielles ont limitées la valeur de la basse température à appliquer et le durée du traitement ce qui limite son efficacité. Il a été montré qu'une saturation et immersion du matériau favorise l'endommagement du mortier par pression interne et externe.

Pour obtenir un granulat nettoyé, un tri visuel « manuel » serait nécessaire pour compléter le tri par tamisage. Il a été constaté que le mortier même s'il est détaché du granulat parent n'est pas broyé dans son intégralité et reste mélangé au granulat traité. Cette solution de tri manuel est difficilement transposable à l'échelle industrielle.

Enfin le rendement des traitements reste faible puisque pour les traitements étudiés l'efficacité réelle, caractérisée par la proportion de matériau nettoyé et non endommagé par rapport à la quantité initiale, ne dépasse pas 26%.

Le traitement sur ballast ne donne pas de résultats suffisamment probants pour que cette solution soit conservée.

Références bibliographiques

- Abbas, A., Fathifazl, G., Fournier, B., Isgor, O.B., Zavadil, R., Razaqpur, A.G., Foo, S., 2009. Quantification of the residual mortar content in recycled concrete aggregates by image analysis. *Mater. Charact.* 60, 716–728. doi:10.1016/j.matchar.2009.01.010
- Afnor, Norme NF EN 1097-2, 2010. Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques de granulats: méthodes pour la détermination de la résistance à la fragmentation p 34.
- Agrela, F., Alaejos, P., De Juan, M.S., 2013. 12 - Properties of concrete with recycled aggregates, in: Brito, F.P.-T.W.Y.T.A.L.D. de (Ed.), *Handbook of Recycled Concrete and Demolition Waste*. Woodhead Publishing, pp. 304–329.
- Akbarnezhad, A., Ong, K.C.G., 2013. Separation processes to improve the quality of recycled concrete aggregates (RCA), in: *Handbook of Recycled Concrete and Demolition Waste*. Elsevier, pp. 246–269.
- Barbudo, A., de Brito, J., Evangelista, L., Bravo, M., Agrela, F., 2013. Influence of water-reducing admixtures on the mechanical performance of recycled concrete. *J. Clean. Prod.* 59, 93–98. doi:10.1016/j.jclepro.2013.06.022
- Baroghel-Bouny, V., 1994. Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances. Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Bazant, Z.P., Kaplan, M.F., 1996. *Concrete at high temperatures: material properties and mathematical models*. Longman.
- Braymand, S., François, P., Feugeas, F., Fond, C., 2015. Rheological properties of recycled aggregate concrete using superplasticizers. *JCEA* 591–597.
- Braymand, S., Roux, S., Kunwufine, D., Mihalcea, C., Feugeas, F., Fond, C., 2014. Les granulats recyclés de bétons: un matériau à fort potentiel de valorisation dans les bétons, in: *Matériaux 2014*. Montpellier (France), p. 10.
- Butler, L., West, J.S., Tighe, S.L., 2013. Effect of recycled concrete coarse aggregate from multiple sources on the hardened properties of concrete with equivalent compressive strength. *Constr. Build. Mater.* 47, 1292–1301. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.05.074
- Castellote, M., Alonso, C., Andrade, C., Turrillas, X., Campo, J., 2004. Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction. *Cem. Concr. Res.* 34, 1633–1644.
- Chen, X.-T., 2009. Effet du chauffage sur le comportement mécanique et poro-mécanique de matériaux cimentaires: propriétés hydrauliques et changements morphologiques. Ecole Centrale de Lille.
- Coronado, M., Dosal, E., Coz, A., Viguri, J.R., Andrés, A., 2011. Estimation of Construction and Demolition Waste (C&D)DW) Generation and Multicriteria Analysis of C&D)DW Management Alternatives: A Case Study in Spain. *Waste Biomass Valorization* 2, 209–225. doi:10.1007/s12649-011-9064-8
- Dao, D.-T., 2012. (Multi-) recyclage du béton hydraulique (Thèse de Doctorat de Génie Civil). Ecole centrale de Nantes, Nantes, 2012, 312 p.
- Defay, R., Prigogine, I., 1966. Tension superficielle et adsorption (Desoer, Liège, 1951); with Bellemans, A., translated by Everett, D.H., *Surface tension and adsorption*. Longmans, London.
- de Juan, M.S., Gutiérrez, P.A., 2009. Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Constr. Build. Mater.* 23, 872–877. doi:10.1016/j.conbuildmat.2008.04.012
- Deodonne, Kunwufine, 2015. Etudes des caractéristiques physico-chimiques des bétons de granulats recyclés et de leur impact environnemental (Thèse de Doctorat de Génie Civil). Strasbourg, Strasbourg (France).
- EC2, 2004. Eurocode 2: Design of concrete structures-Part 1-2: General rules-Structural fire design. Eur. Stand. Lond.

- Etxeberria, M., Vázquez, E., Marí, A., Barra, M., 2007. Influence of amount of recycled coarse aggregates and production process on properties of recycled aggregate concrete. *Cem. Concr. Res.* 37, 735–742. doi:10.1016/j.cemconres.2007.02.002
- Fagerlund, G., 1993. Frost resistance of high performance concrete—some theoretical considerations: a contribution to RILEM-3C-Workshop “Durability of high performance concrete”, Wien 14th–15th February, 1994. Rep. TVBM.
- Fares, H., Remond, S., Noumowe, A., Cousture, A., 2010. High temperature behaviour of self-consolidating concrete: Microstructure and physicochemical properties. *Cem. Concr. Res.* 40, 488–496. doi:10.1016/j.cemconres.2009.10.006
- Fisher, G.W., 1970. The application of ionic equilibria to metamorphic differentiation: An example. *Contrib. Mineral. Petrol.* 29, 91–103. doi:10.1007/BF00392017
- Florea, M.V.A., Ning, Z., Brouwers, H.J.H., 2014. Activation of liberated concrete fines and their application in mortars. *Constr. Build. Mater.* 50, 1–12. doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.09.012
- Fu, Y.-F., Wong, Y.-L., Poon, C.-S., Tang, C.-A., Lin, P., 2004. Experimental study of micro/macro crack development and stress–strain relations of cement-based composite materials at elevated temperatures. *Cem. Concr. Res.* 34, 789–797.
- Fu, Y.F., Wong, Y.L., Tang, C.A., Poon, C.S., 2004. Thermal induced stress and associated cracking in cement-based composite at elevated temperatures —Part I: Thermal cracking around single inclusion. *Cem. Concr. Compos.* 26, 99–111.
- Géraud, Y., Mazerolle, F., Raynaud, S., 1992. Comparison between connected and overall porosity of thermally stressed granites. *J. Struct. Geol.* 14, 981–990.
- Gokce, A., Nagataki, S., Saeki, T., Hisada, M., 2004. Freezing and thawing resistance of air-entrained concrete incorporating recycled coarse aggregate: The role of air content in demolished concrete. *Cem. Concr. Res.* 34, 799–806. doi:10.1016/j.cemconres.2003.09.014
- Guillemain, G., Ramahandry, M., 2014. Détermination of the mortar amount in recycled concrete (Technological research program No. 1). Strasbourg, p. p.1-9.
- Hansen, T.C., 1986. Recycled aggregates and recycled aggregate concrete second state-of-the-art report developments 1945–1985. *Mater. Struct.* 19, 201–246.
- Harada, T., Takeda, J., Yamane, S., Furumura, F., 1972. Strength, elasticity and thermal properties of concrete subjected to elevated temperatures. *Spec. Publ.* 34, 377–406.
- Hewlett, P.C., 1998. *Lea’s chemistry of cement and concrete*. London: Edward Arnold.
- Homand-Etienne, F., Houpert, R., 1989. Thermally induced microcracking in granites: characterization and analysis. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.* 26, 125–134. doi:10.1016/0148-9062(89)90001-6
- International RILEM Symposium on Demolition and Reuse of Concrete and Masonry, Lauritzen, E.K., RILEM Technical Committee 121-DRG., Staten byggeforskningsinstitut (Denmark), 1994. Demolition and reuse of concrete and masonry: proceedings of the Third International RILEM Symposium on Demolition and Reuse of Concrete and Masonry held in Odense, Denmark, organized by RILEM TC 121-DRG and the Danish Building Research Institute, Odense, Denmark 24-27 October 1993. E & FN Spon, London.
- International Union of Testing and Research Laboratories for Materials and Structures, 1992. Recycling of demolished concrete and masonry: report of Technical Committee 37-DRC, Demolition and Reuse of Concrete, 1st ed. ed, RILEM report. E & FN Spon, London ; New York.
- Jouenne, C.A., 1975. *Traité de céramiques et matériaux minéraux*. Septima.
- Katz, A., 2003. Properties of concrete made with recycled aggregate from partially hydrated old concrete. *Cem. Concr. Res.* 33, 703–711. doi:10.1016/S0008-8846(02)01033-5
- Khoury, G.A., 1995. Strain components of nuclear-reactor-type concretes during first heat cycle. *Nud. Eng. Des.* 156, 313–321.

- Khoury, G.A., Anderberg, Y., Both, K., Fellingner, J., Høj, N.P., Majorana, C., 2007. Fire design of concrete structures-materials, structures and modelling, state-of-the art report. Int. Fed. Struct. Concr. Fib TG 43 1 Lausanne.
- Kosmatra, S.H., Kerkhoff, B., Panarese, W.C., Macleod, N.F., Mcgrath, R.J., 2004. Dosage et contrôle des mélanges de béton, 7ème édition. ed, EB101. Association canadienne du ciment, Ottawa.
- Linß, E., Mueller, A., 2004. High-performance sonic impulses—an alternative method for processing of concrete. Int. J. Miner. Process. 74, S199–S208. doi:10.1016/j.minpro.2004.08.016
- Li, X., 2008. Recycling and reuse of waste concrete in China: Part I. Material behaviour of recycled aggregate concrete. Resour. Conserv. Recycl. 53, 36–44. doi:10.1016/j.resconrec.2008.09.006
- López-Gayarre, F., Serna, P., Domingo-Cabo, A., Serrano-López, M.A., López-Colina, C., 2009. Influence of recycled aggregate quality and proportioning criteria on recycled concrete properties. Waste Manag. 29, 3022–3028. doi:10.1016/j.wasman.2009.07.010
- Marchand, J., 1993. Contribution to the study of the scaling deterioration of concrete in presence of deicing salts. École Nationale des Ponts et Chaussées Paris, France.
- Marchand, J., Pigeon, M., Bournazel, J.P., Malier, Y., 1996a. Résistance du béton à l'écaillage dû au gel en présence de sels fondants – Une revue des récents développements dans le domaine, in: Proceedings of the International RILEM Conference «Concrete: From Material to Structure. pp. 11–12.
- Marchand, J., Pigeon, M., Gagné, R., Jacobsen, S., Sellevold, E.J., 1996b. La résistance au gel des bétons à haute performance. Can. J. Civ. Eng. 23, 1070–1080.
- Marinković, S.B., Ignjatović, I.S., Radonjanin, V.S., Malešev, M.M., 2012. Recycled Aggregate Concrete for Structural Use – An Overview of Technologies, Properties and Applications, in: Fardis, M.N. (Ed.), Innovative Materials and Techniques in Concrete Construction. Springer Netherlands, Dordrecht, pp. 115–130.
- Marta Sanchez de Juan, Pilar Aloejos Gutiérrez, 2004. Influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate, in: International RILEM Conference on the use of recycled materials in buildings and structure. RILEM, Barcelona, Spain, pp. 536–544.
- Mas, B., Cladera, A., Bestard, J., Muntaner, D., López, C.E., Piña, S., Prades, J., 2012. Concrete with mixed recycled aggregates: Influence of the type of cement. Constr. Build. Mater. 34, 430–441. doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.02.092
- Maso, J.-C., 1967. La nature minéralogique des agrégats, facteur essentiel de la résistance des bétons à la rupture et à l'action du gel. Institut national des sciences appliquées.
- Meftah, H., Arabi, N., 2011. Les granulats recyclés humidifiés : comportements des bétons frais et durcis, in: XXIXe Rencontres Universitaires de Génie Civil. Tlemcen, p. 10.
- Mefteh, H., Kebaili, O., Oucief, H., Berredjem, L., Arabi, N., 2013. Influence of moisture conditioning of recycled aggregates on the properties of fresh and hardened concrete. J. Clean. Prod. 54, 282–288. doi:10.1016/j.jclepro.2013.05.009
- Menard, Y., Bru, K., Touze, S., Lemoign, A., Poirier, J.E., Ruffie, G., Bonnaudin, F., Weid, F. Von Der, 2013. Innovative process routes for a high-quality concrete recycling. Waste Manag. 33, 1561–1565. doi:10.1016/j.wasman.2013.02.006
- Menou, A., 2004. Etude du comportement thermomécanique des bétons à haute température.: Approche multi échelles de l'endommagement thermique. Pau.
- Meyer-Ottens, C., 1972. The question of spalling of concrete structural elements of standard concrete under fire loading. Braunsch. Tech. Univ. Braunsch.
- Mindeguia, J.-C., 2009. Contribution expérimentale à la compréhension des risques d'instabilité thermique des bétons. Université de Pau et des Pays de l'Adour.
- Momber, A.W., 2004. Aggregate liberation from concrete by flow cavitation. Int. J. Miner. Process. 74, 177–187. doi:10.1016/j.minpro.2003.10.004
- Mounanga, P., 2003. Etude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge: hydratation, retraits, propriétés thermophysiques. Nantes.

- Nagataki, S., Gokce, A., Saeki, T., Hisada, M., 2004. Assessment of recycling process induced damage sensitivity of recycled concrete aggregates. *Cem. Concr. Res.* 34, 965–971. doi:10.1016/j.cemconres.2003.11.008
- Neville, A.M., 1996. *Properties Of Concrete*, Fourth and Final Edition, John Willey, G. Sons.
- Nonnet, E., Lequeux, N., Boch, P., 1999. Elastic properties of high alumina cement castables from room temperature to 1600 C. *J. Eur. Ceram. Soc.* 19, 1575–1583.
- Noumowe, A., 1995. Effet de hautes températures (20-600c) sur le béton. Cas particulier du béton a hautes performances. Villeurbanne, INSA.
- Pereira, P., Evangelista, L., de Brito, J., 2012. The effect of superplasticisers on the workability and compressive strength of concrete made with fine recycled concrete aggregates. *Constr. Build. Mater.* 28, 722–729. doi:10.1016/j.conbuildmat.2011.10.050
- Persy, J.P., Deloye, F.X., 1986. Investigations sur un ouvrage en béton incendié. *Bull. Lab. Ponts Chaussées* 145, 108–114.
- Piasta, J., 1984. Heat deformations of cement paste phases and the microstructure of cement paste. *Matér. Constr.* 17, 415–420.
- Pigeon, M., Regourd, M., 1986. The effects of freeze-thaw cycles on the microstructure of hydration products. *Durab. Build. Mater.* 4, 1–19.
- Platret, G., 2002. Suivi de l'hydratation du ciment et de l'évolution des phases solides dans les bétons par analyse thermique, caractéristiques microstructurales et propriétés relatives a la durabilité des bétons. méthodes de mesure et d'essai de laboratoire. Méthode D'essai.
- Powers, T.C., Helmuth, R.A., 1953. Theory of volume changes in hardened portland-cement paste during freezing, in: *Highway Research Board Proceedings*.
- quesada, rosiak, 2015. Méthodes de Séparation du Mortier Accolé des Granulats Recyclés de Béton.
- Ramachandran, V.S., Feldman, R.F., Beaudoin, J.J., 1981. *Concrete Science: Treatise on Current Research*, Heyden and Son. Ltd Phila.
- Rayssac, E., Auriol, J.C., Deneele, D., De Larrard, F., Ledee, V., Platret, G., 2009. Valorisation de laitiers d'aciérie LD pour les infrastructures routières. *Bull. Lab. Ponts Chaussées* pp–27.
- Richard, N., 1999. Structure et propriétés élastiques des phases cimentières base de mono-aluminate de calcium.
- Sellevold, E.J., Farstad, T., 1991. Frost/salt-testing of concrete: Effect of test parameters and concrete moisture history. *Nord. Concr. Res.* 121–138.
- Seo, D.S., Choi, H.B., 2014. Effects of the old cement mortar attached to the recycled aggregate surface on the bond characteristics between aggregate and cement mortar. *Constr. Build. Mater.* 59, 72–77.
- Serres, N., Braymand, S., Feugeas, F., 2016. Environmental evaluation of concrete made from recycled concrete aggregate implementing life cycle assessment. *J. Build. Eng.* 5, 24–33. doi:10.1016/j.jobe.2015.11.004
- Sha, W., O'Neill, E.A., Guo, Z., 1999. Differential scanning calorimetry study of ordinary Portland cement. *Cem. Concr. Res.* 29, 1487–1489.
- Sri Ravindrarajah, R., Tam, C.T., 1987. Recycling concrete as fine aggregate in concrete. *Int. J. Cem. Compos. Lightweight Concr.* 9, 235–241. doi:10.1016/0262-5075(87)90007-8
- Sri Ravindrarajah, R., Tam, C.T., 1985. Properties of concrete made with crushed concrete as coarse aggregate. *Mag. Concr. Res.* 37, 29–38. doi:10.1680/mac.1985.37.130.29
- Tasong, W.A., Lynsdale, C.J., Cripps, J.C., 1999. Aggregate-cement paste interface. *Cem. Concr. Res.* 29, 1019–1025. doi:10.1016/S0008-8846(99)00086-1
- Thomas, J. J., Jennings, H., n.d. *Materials of Cement Science Primer TEA-21 Year 5 Final Report*.
- Tomas, J., Schreier, M., Gröger, T., Ehlers, S., 1999. Impact crushing of concrete for liberation and recycling. *Powder Technol.* 105, 39–51. doi:10.1016/S0032-5910(99)00116-3
- Topçu, İ.B., Şengel, S., 2004. Properties of concretes produced with waste concrete aggregate. *Cem. Concr. Res.* 34, 1307–1312. doi:10.1016/j.cemconres.2003.12.019
- Torben, C.H., Hendriks, N., 1983. strength of recycled concrete made from crushed concrete coarse aggregate. *Concr. Int.* 5, 79–83.

- Tsoumani, A.A., Barkoula, N.-M., Matikas, T.E., 2015. Recycled aggregate as structural material. *Waste Biomass Valorization* 6, 883–890. doi:10.1007/s12649-015-9385-0
- Vandecasteele, C., Heynen, J., Goumans, H., 2013. Materials Recycling in Construction: A Review of the Last 2 Decades Illustrated by the WASCON Conferences. *Waste Biomass Valorization* 4, 695–701. doi:10.1007/s12649-013-9239-6
- Verbeck, G.J., Klieger, P., 1957. Studies of salt scaling of concrete. *Highw. Res. Board Bull.*
- Vernet, C., 1986. Évolution de la microstructure des bétons au cours du test ASTM de gel-dégel. Presented at the 8^e Congrès International de la Chimie des Ciments, Rio de Janeiro, pp. 121–127.
- Yang, Z., Brown, H., Cheney, A., 2006a. Influence of Moisture Conditions on Freeze and Thaw Durability of Portland Cement Pervious Concrete, in: *Concrete Technology Forum: Focus on Pervious Concrete*. Citeseer, pp. 24–25.
- Yang, Z., Weiss, W.J., Olek, J., 2006b. Water transport in concrete damaged by tensile loading and freeze-thaw cycling. *J. Mater. Civ. Eng.* 18, 424–434.
- Yoda K., Harada M, Sakuramoto F, 2003. Field application and advantage of concrete recycled in-situ Recycling Systems. *Thomas Telford Serv. Ltd* 437–446.
- Zaman, M.S., Ridgway, P., Ritchie, A.G.B., 1982. Prediction of deterioration of concrete due to freezing and thawing and to deicing chemical use, in: *Journal Proceedings*. pp. 56–58.
- Zhao, Z., 2014. Valorisation des sables de béton recyclé pour la fabrication des mortiers (Thèse de Doctorat de Génie Civil). Ecole des mines de Douai et l'université Lille 1, Douai et Lille.
- Zhen Hua Duan, Chi Sun Poon, 2014. properties of recycled aggregate concrete made with recycled aggregates with different amounts of old adhered mortars. *Mater. Des.* 58, 19–29.

Annexe

COFRAGE – Technologies de fragmentation sélective des bétons Ecotech 2009



Coordinateur : brgm
Partenaires : INPT-LGC, Picheta, IMS, SelFrag

Objectifs du projet

Libérer sélectivement les constituants des bétons (granulats et pâte de ciment hydratée) au moyen de technologies de fragmentation sélective (fragilisation par chauffage micro-ondes et endommagement par voie électro-hydraulique) afin de permettre l'utilisation i) des granulats dans la formulation de nouveaux bétons de bonne qualité et ii) de la pâte de ciment dans l'industrie de production du clinker, d'où un recyclage en boucle fermée déchets de béton.

Méthodologie et Résultats

La méthodologie suivie dans COFRAGE consiste à étudier de façon complémentaire i) à l'échelle microscopique, les phénomènes qui conduisent à la fragilisation des bétons lorsqu'ils sont soumis à des traitements thermique (micro-ondes) ou électrique (puissance électrique pulsée) et ii) à l'échelle macroscopique, l'effet ces phénomènes sur la recyclabilité des bétons.

Les essais sont réalisés sur 3 matrices béton distinctes:

- Des éprouvettes incorporant des granulats de différentes natures physicochimiques et répartitions granulométriques ⇒ Evaluation de l'influence des propriétés des granulats sur l'efficacité des technologies de fragmentation.
- Un lot de béton homogène de plusieurs m³ (fabriqué spécifiquement) ⇒ Caractérisation de l'efficacité des techniques en fonction des conditions opératoires.
- Des déchets hétérogènes de bétons issus de chantiers de déconstruction ⇒ Evaluation de la robustesse des techniques.

L'évaluation des techniques de fragmentation intègre les aspects liés à la fragilisation des bétons, à la libération des granulats ainsi qu'à la production de fines. Elle intègre aussi une qualification des fractions valorisables (essais Los Angeles et Micro-Deval pour les granulats, essais de cuisson et formulation de nouveaux bétons pour la fraction fine).

Focus : technologie de chauffage par micro-ondes

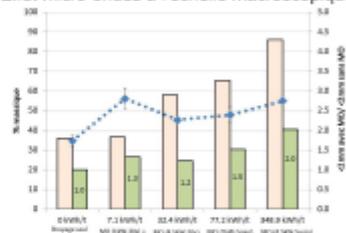
La fragilisation des bétons soumis à un chauffage micro-ondes est liée à la présence d'eau libre et de constitution (qui va se vaporiser et générer des contraintes) et à l'expansion thermique différentielle existant entre les granulats et la pâte de ciment.

A. Effet micro-ondes à l'échelle microscopique

Observation (x 40) de la texture d'une matrice béton



B. Effet micro-ondes à l'échelle macroscopique



- Traitement modéré : formation de fractures au niveau de la quasi-totalité des ITZ (zone de transition interfaciale - zone d'épaisseur inférieure à 50 µm moins dense, plus poreuse et mieux cristallisée que le reste du béton) ⇒ après broyage à impact, effet immédiat des micro-ondes (MO) sur la libération des granulats
- Traitement intensif : densification du réseau de fissures dans la matrice cimentaire et expansion des fractures au niveau des ITZ ⇒ après broyage à impact, peu d'évolution du taux de libération des granulats mais nette amélioration de la fragmentation associant une augmentation de la quantité de granulats libérés et de la production de fines riches en pâte de ciment hydratée.

Conclusions et perspectives

Un prétraitement par chauffage avec des micro-ondes permet une nette amélioration de la recyclabilité des bétons après fragmentation et ce, même à faible énergie de traitement (quelques kWh/t). Des résultats similaires ont été observés avec l'utilisation de la puissance électrique pulsée. La conception des schémas de procédé intégrera ces éléments. La performance environnementale de ces nouveaux schémas de procédé de recyclage et des filières associées sera évaluée via une analyse de cycle de vie.

CONTACT :

y.menard@brgm.fr



Résultats du plan d'expérimentation du traitement thermo mécanique froid

Test	Nr	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	Δm _m [%]	ρ [g/cm ³]	Nr
Test 1	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	1,34	2,27	1	
Test 2	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	8,43	2,37	2	
Test 3	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	6,84	2,32	3	
Test 4	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	3,44	2,34	4	
Test 5	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	14,22	2,33	5	
Test 6	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	15,79	2,36	6	
Test 7	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	7,43	2,34	7	
Test 8	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	26,52	2,44	8	
Test 9	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	32,47	2,44	9	
Test 10	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	1,07	2,31	10	
Test 11	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	2,28	2,20	11	
Test 12	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	5,40	2,26	12	
Test 13	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	3,01	2,20	13	
Test 14	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	5,98	2,26	14	
Test 15	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	7,63	2,32	15	
Test 16	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	4,58	2,37	16	
Test 17	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	12,44	2,30	17	
Test 18	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	1h45	4cycles/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	24,34	2,32	18	
Test 19	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	1,26	2,24	19	
Test 20	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	8,00	2,32	20	
Test 21	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	13,75	2,30	21	
Test 22	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	4,14	2,29	22	
Test 23	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	11,48	2,33	23	
Test 24	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	22,36	2,34	24	
Test 25	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	8,17	2,31	25	
Test 26	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	15,77	2,34	26	
Test 27	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	31,77	2,30	27	
Test 28	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	0,96	2,22	28	
Test 29	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	1,83	2,25	29	
Test 30	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	5,42	2,26	30	
Test 31	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	2,77	2,21	31	
Test 32	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	4,85	2,27	32	
Test 33	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	6,93	2,25	33	
Test 34	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	5,07	2,25	34	
Test 35	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	9,61	2,25	35	
Test 36	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	10h45	1cycle/24h x 4jours	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	13,81	2,32	36	
Test 37	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	1,27	2,22	37	
Test 38	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	7,36	2,35	38	
Test 39	4/10	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	10,87	2,29	39	
Test 40	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	3,86	2,31	40	
Test 41	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	11,59	2,36	41	
Test 42	4/10	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	14,48	2,39	42	
Test 43	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	7,31	2,30	43	
Test 44	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	12,58	2,35	44	
Test 45	4/10	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	20,65	2,30	45	
Test 46	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	0,97	2,21	46	
Test 47	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	1,48	2,29	47	
Test 48	10/20	Sec	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	4,74	2,24	48	
Test 49	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	2,02	2,24	49	
Test 50	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	3,07	2,19	50	
Test 51	10/20	Saturé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	5,67	2,31	51	
Test 52	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	0	~200g	Sans	-	tamisaie à 1,6 mm	5,15	2,28	52	
Test 53	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	2 min	~400g	Malaxeur	-	tamisaie à 1,6 mm	5,73	2,21	53	
Test 54	10/20	Saturé et immergé	-10°C/h et +15°C/h	5/-10°C	47h	1cycle/96h	10 min	~400g	MDE	billes	tamisaie à 1,6 mm	9,61	2,22	54	

Publication soumise et corrigée après reviewing, en attente d'acceptation**Journal : Waste and Biomass Valorization**

Title, abstract and Table of abbreviation

[Click here to download Manuscript WAVE-D-16-00202_title_revised.docx](#)**Separation and quantification of attached mortar in recycled concrete aggregates****S. Braymand¹, S. Roux², H. Fares², K. Déodonne¹, F. Feugeas³**¹ICube UMR 7357, Strasbourg University, 2 rue Boussingault, 67000 Strasbourg, France²IJL UMR 7198, Le Montet, Rue du Doyen Urion, CS 90137, 54601 Villers les Nancy, France³ICube UMR 7357, INSA Strasbourg, 24 boulevard de la Victoire, 67084 Strasbourg, FranceCorresponding authors: s.braymand@unistra.fr, phone +33 (0)3 68858508**Abstract**

Construction and demolition waste stream has generated new materials that may be re-introduced into new concrete, e.g. as recycled aggregates. The specific feature of recycled concrete aggregates (RCA) is the presence of hardened mortars influencing their behaviour. This study aims to distinguish processes that allow the complete separation and quantification of attached mortar. An important point is that the laboratory developed method has to be transferable on a wider scale to be exploited on a real recycling platform. This study is linked to the RECYBETON National Research Project involving public research laboratories, institutes and private companies. After a short literature review, pointing out the relevant processes, several methods are tested in laboratory conditions to determine their efficiency. They are based on mechanical, chemical and physical principles. Efficiencies are evaluated by measuring mass losses, density variations and by carrying out visual comparisons. It appears that not any one method is 100% satisfactory as aggregates are never completely cleaned and/or are damaged. Furthermore, the global efficiency of the process is difficult to determine because of the lack of knowledge of primary aggregate properties or because of property changes during treatment. The most promising methods seem to be combined thermal-mechanical processes.

Table of symbols and abbreviations

RCA	Recycled Concrete Aggregate
RAC	Recycled Aggregate Concrete
MDE	Micro DEval test
LA	Los Angeles test
HSC	Hydrated Silicate Calcium
Temp.	Temperature
Sat.	Saturation
ρ [g/cm ³]	Density
Δm	Mass loss
W [%]	Absorption coefficient

Keywords

Recycled concrete aggregates, attached mortar, separation, experimental process

Separation and quantification of attached mortar in recycled concrete aggregates S. Braymand¹, S. Roux², H. Fares², K. Déodonne¹, F. Feugeas³

¹ ICube UMR 7357, Strasbourg University, 2 rue Boussingault, 67000 Strasbourg, France

² IJL UMR 7198, Le Montet, Rue du Doyen Urion, CS 90137, 54601 Villers les Nancy, France

³ ICube UMR 7357, INSA Strasbourg, 24 boulevard de la Victoire, 67084 Strasbourg, France

Corresponding authors: s.braymand@unistra.fr, phone +33 (0)3 68858508

Introduction

In order to decrease resource consumption and demolition waste generation, materials from building deconstruction are now studied with the aim of re-introducing them into new concrete, e.g. as recycled aggregates [1, 2]. The study, presented here, deals with the prospect of a lack of natural aggregates requiring the use of aggregates from recycling [3]. The physico-chemistry of recycled concrete aggregates, like their high absorption, low strength, or specific morphology, limits their direct use as aggregates and requires pretreatment if 100% re-use is expected. This operation aims at separating primary aggregates and mortar for re-use as aggregates for concrete. Then, the residual mortar obtained could be reintroduced into cement production plants. Recycled aggregates may comprise of various sized particles [4-6]:

- Fine elements (0-500 μm), mainly composed of hardened cement paste, primary crushed aggregates and anhydrous cement ;
- Sands, fine aggregates including the fine elements, (0-4 mm), mainly composed of primary aggregates and mortar (primary sand, dry and hydrated cement) ;
- Gravel, coarse aggregates, (> 4 mm), have a constitution close to recycled sand with lower residual mortar content.

Thus, the recycled aggregates consist of aggregates coated with primary mortar: separated or attached (Fig. 1, [2]). The presence of this primary mortar is responsible for the different behavior of recycled concrete aggregates and natural aggregates [7-9]. The range of these alterations is dependent on the amount of primary mortar included in the recycled elements [6].

Different processes used to separate primary aggregate and mortars are discussed in the literature (Table 1, [10]). These methods, based on mechanical (wear, fragmentation, etc.), chemical (acid attack) or physical (heat treatment) principles, use differences of properties between the aggregates and the cement paste [10], [11]. Few studies offer a multi-criteria comparative analysis of these methods [10], and efficiency is rarely discussed, this paper provides this critical analysis.

For this purpose, a short literature review is proposed in order to collect processes which have been experimentally tested in our laboratory. Thus, several methods or combinations of methods are tested in the laboratory to determine their efficiency: mechanical wear test, sandblasting, chemical attack by hydrochloric acid, hot and cold thermal cycle and microwave (see Table 1). Concerning the hot or cold thermal processes combined with a mechanical treatment, a 12 phase experiment allows for a thorough knowledge of treatment efficiency. The efficiency, defined by the separation ratio or the quantity of attached mortar, is analyzed using mass loss, density variation measurements and visual comparisons. The definition of this efficiency concept and the mortar content denomination are also discussed.

This study is linked to the National Research Project [12] (complete recycling of concrete) involving public research laboratories, institutes and private companies. An important aspect of this work is to ensure that developed methods in the laboratory have to be transferable on a wider scale to be exploited on a real recycling platform. The final RECYBETON aim is to edit recommendations promoting the complete recycling of concrete.

Short Review of Processes

Mechanical Treatments

The mechanical treatments of aggregates allow mortar-aggregate separation by shocks (based on Los Angeles standard test [13] : LA) or abrasion (based on Micro-DEval standard test [14] : MDE). The efficiency of the LA method, up to 60% mass loss after sieving, depends on the number of balls used, the amount of processed materials, the rotation rate and the treatment length [15]. However, efficiency may be called into question when considering the amount of natural aggregates to be crushed. Moreover, one limitation of this method is its energy consumption to obtain such a mass loss (min 300 revolutions).. It requires a compromise between efficiency,

treatment duration, noise and energy consumption [10]. Although, authors don't indicate an estimation of energy consumption, this consumption can be estimated around 2 kWh/ ton of recycled aggregates concerning the only shock phase (without sieving). The efficiency of the MDE method is lower than when using separation by shocks, depending on its duration. However, it avoids high fragmentation of primary aggregates and, therefore, decreases damage of their morphological integrity, especially that of rolled aggregates. Another method called "smart crusher", based on the optimization of the crushing method of recycled concrete, was found to produce much more recycled concrete fine elements and cleaner aggregate than a conventional crushing method. It is based on a smart combination of pressure and abrasion [16, 17]. According to the authors, no supplementary cleaning treatment is needed after crushing and material from crushing could be re-used as sand or fine addition in concrete. The process efficiency is evaluated by the particle size distribution comparison between aggregates issued from two crushing methods. Authors indicate that the use of the smart crusher leads to obtain an aggregate easily recyclable in concrete. However, this analyze is only performed with fine aggregate (<2 mm) and the properties of the treated aggregate are not evaluated (density, water absorption, visual aspect,...).

Ultra-Sound Treatments

This method is based on the stresses generated by high frequency sound waves which damage the bonding between aggregates and cement paste. The supply of energy over the entire surface increases the separation efficiency whilst reducing the degradation of initial aggregates. Many factors influence the efficiency of this method [18]: aggregate size, applied voltage, capacitor capacitance, electrode spacing and number of pulses. For the verification of the crushing and separation effect, different characteristic values were determined (particle size distribution, amount of attached cement stone, content of cement paste).

The efficiency of this method can reach a higher level than conventional mechanical treatments by crushing (jaw crusher, hammer) but it depends on the aggregate size: the detachment rate is about 40% for a fine aggregate (< 4 mm) and 70% for a coarse aggregate (< 24 mm). The efficiency of this method has to be considered regarding its high energy consumption. The estimation of consumed energy is about 12 kWh / ton of recycled aggregates [18].

Thermal Treatments

High temperature treatment

High temperature thermal methods are based on the influence of the temperature increase on the cement matrix and on the aggregates: damage of cement hydrates, differential strains of hardened concrete constituents and lower strength of the mortar (thermal stresses). The recycled aggregate concrete is heated for several hours between 300°C and 600°C (depending on the strength of the mortar and the types of natural aggregates [19]) and then sieved to separate mortar and natural aggregates. Water immersion of RCA (saturation of the mortar), prior to heat treatment, improves the efficiency of the separation processes. Indeed, the transformation of water into steam generates an increase in the internal pressure favorable to mortar cracking. The maximum separated mortar proportion can reach 20% [20]. Rapid cooling of RCA, after the heating cycles, produces further thermal shocks, thereby, improving process efficiency, which is probably due to "prevented thermal expansion" [21]. Thermal separation by heating is easy to implement but the actual energy consumed is very high, it can be estimated at 250 kWh / ton for 1 hour at 600°C. Moreover, high temperatures can create high internal stresses in natural aggregates. After 600°C heat treatment, the tensile strengths of natural aggregates are reduced by 60% [20]. This reduction rate significantly depends on the origins of the primary natural aggregates and their mechanical properties.

Low temperature treatment

These methods are based on freeze-thaw cycle effects applied on saturated RCA, which generate damage caused by internal pressures (transformation of water in the pores into ice leads).

The saturation state (dry, saturated, saturated-immersed) conditions the aggregate's resistance to freezing and thawing [22, 23]. This method can produce a large amount of cleaned natural aggregates but requires a high number of freeze-thaw cycles over a period of several weeks.

Microwave Treatment

Microwave treatment is based on electromagnetic properties of recycled concrete and its influences on the increasing local temperature. Due to the different sensitivity to waves – between the mortar and the natural aggregates, thermal stresses are mainly generated in the interface mortars – aggregate. This treatment reduces the risk of degradation of natural aggregates because of its lower temperatures and duration compared to conventional heating treatments. Parameters such as the duration of treatment or generator power can be adjusted.

The efficiency of microwaves depends on the size and type of recycled aggregates [11, 24], [25]. The treatment is more efficient for coarse aggregates than for fine aggregates, about 71% and 19% release, respectively [26]. Treatment by microwaves is less efficient on calcium silicate aggregates: specific chemical reactions between aggregate and cement paste in the Interfacial Transition Zone affect the reactivity of recycled aggregates subjected to microwaves [25].

The pre-saturation of RCA can improve this process's efficiency (mortar content decreased from 47% to 24%). The effectiveness of treatment can also be increased by successive applications of the process [26].

Chemical Treatment

RCA is composed of two different mineral materials, natural aggregates and alkaline cement paste, which offer different sensitivities to acido-basic reactions [27]. The efficiency of acid treatment added to a water rinse depends on mortar porosity, the nature of aggregates, the acid solution choice and the treatment conditions (volume of material to be processed, temperature, treatment duration, static and dynamic processing) [28]. The most effective acids with silica or granitic aggregates are sulfuric and hydrochloric acids (H_2SO_4 and HCl). However, these aggregates cannot be treated using hydrofluoric acid (HF) which generate the dissolution of their main components (Quartz, Feldspar, and Mica) [29]. Limestone aggregates are insoluble in salicylic acid while some components of the cement matrix are soluble (C_2S , C_3S , $Ca(OH)_2$, CSH, ettringite). If optimum conditions are implemented, the efficiency of this heat treatment can reach a rate of 100%.

Thermal-Mechanical Treatments

These methods aim to combine the effects of heat treatment, hot or cold, and a mechanical post-treatment. Thermal-mechanical treatment, such as the hot-MDE proposed by Shima et al. [19], is of sufficient efficiency: 35% to 45% of clean gravels, 30% to 35% of clean sand and 18% to 35% of fine elements after treatment. Many parameters influence these results: temperature, primary concrete properties, grinding intensity et cetera. Cold thermal-mechanical treatments combine the exposing of the damaged cement matrix to freeze-thaw cycles and mechanical separation of the mortar. Due to the potentially high duration of this process, no specific study has this as its principle focus.

Other Treatments

Other methods are mentioned in the literature but they have not been the main objective of extensive studies concerning the problem of paste aggregate separation.

Hydraulic jet

The high pressure water jet method is used for cutting different materials and should be adapted to the separation of mortar and aggregate [30]. During the treatment of a porous material, such as concrete, the water jet leads to the dispersion of a significant amount of energy in a small area creating a phenomenon of erosion and a wearing of the material. The method efficiency depends on the energy created by the jet of water in contact with the material and on the distance between the jet nozzle and the material.

Thermal-chemical treatment

The thermal-chemical treatment combines two effects: the chemical degradation of recycled concrete aggregate by exposure to sodium sulfate solution (Na_2SO_4) and mechanical separation of the mortar by freeze-thaw cycles. Treatment efficiency depends on a duration of more than 7 days, thus, limiting its industrial development [19, 31].

Chemical-mechanical treatment

RCA can be treated by combining the effects of acid attack and mechanical treatment. This process consists in immersing the crushed concrete in an acid solution before submitting it to mechanical treatment like Los Angeles. This type of short-duration treatment could be used as a pre-treatment to remove the coarser particles [32].

Synthesis and Balance Sheet

A result of the literature review is synthesized Table 1 concerning the main treatments. Processes experimentally tested in the continuation of the study are also listed in Table 1.

Table 1 Separation methods: processes of literature and processes experimentally tested

Treatment	Ease of Use	Energy consumption	max efficiency (% mass loss)	Difficulties	Tested in our laboratory
Mechanical	Easy.	LA: 2kWh/ton	60	Shocks LA : aggregate damage	Yes: wear
Ultra sound	Specific equipment for industrial use.	12 kWh /ton	70	health	no
High temperature	Easy, similar to cement fabrication.	250 kWh /ton	20	Aggregates damage	yes
Low temperature	Specific equipment for industrial use.	-	-	Obtaining a very low temperature	yes
Microwave	Specific equipment for industrial use.	-	71	Health	yes
Chemical	Not possible at industrial scale.	no	100	Health, waste issued from treatment	yes
Thermal-mechanical	Easy (hot).	Close to thermal	45	Aggregates damage	Yes

Materials and Methods

In the following part, some of the previously described methods are tested in the laboratory with the aim of determining their efficiency. Their efficiency is analyzed using mass loss, density variation measurements and visual comparisons.

Recycled Concrete Aggregate

Four recycled aggregates are studied: Two recycled aggregates from industrial platforms and two homemade recycled aggregates whose compositions and properties of primary concrete are known (Table 2).

Table 2 Properties of RAC and primary component

Aggregate Origin						
Designation	Origin	Place	Aggregate			
GR2	Industrial	Strasbourg, France	0-20 mm			
GR4	Industrial Recybeton	Gonesse, France	4-10 mm & 10-20 mm			
GR6	Homemade	Strasbourg, France	0-20 mm			
GR8	Homemade	Nancy, France	0-80 mm			
Composition of primary concrete (GR6 and GR8)						
[kg/ m ³]	Rolled 0/4mm	Rolled 4/8mm	Rolled 8/16mm	Total water	Cement type and content[33]	
GR6	700	100	1000	200	CEM I-52.5 - 350	
GR8	790		1024	200	CEM IIB-32.5R - 340	
Properties of aggregates used for primary concrete (GR6 and GR8)						
		Fine	Medium	Coarse		
GR6	Water Absorption %	1.06 ± 0.28	2.03 ± 0.02	1.43 ± 0.06		
GR6	Effective density [prd]	2.86 ± 0.21	2.57 ± 0.08	2.58 ± 0.02		
GR8		2.56	2.55			
GR6	Bulk: ssd density [pssd]	2.89 ± 0.2	2.62 ± 0.08	2.62 ± 0.01		
GR6	Bulk density [pa]	2.95 ± 0.2	2.71 ± 0.09	2.68 ± 0.01		

Methods

Simple processes are described on Fig. 2: mechanical wear, sandblasting, chemical attack, microwave, and hot or cold treatment. At the end of the treatments, samples are sieved or sorted to separate the removed mortar from the cleaned aggregate. Next, mass loss, density, water absorption coefficient measurements, or visual checks are carried out at various stages of the treatments. These measurements are used to assess the efficiency of the treatments. When the properties of the primary aggregates are known (GR6, GR8), efficiency is evaluated by a comparison of values. Although the aim of this study is not to evaluate the quantity of primary mortar contained in the recycled aggregate, sometimes, such an estimation will be used as the efficiency criteria.

Combined thermal-mechanical treatments are described in Fig. 3 and Fig. 4. The phases of the thermal and thermal-mechanical processes are detailed hereafter.

Hot thermal cycle

Several combinations of heating/post-treatment cycles are made. The three first experiments are carried out to identify influential parameters. These experimentations are summarized in Table 3.

Table 3 Hot thermal cycle – Firsts experimentations

Experiment	1	2	3
Recycled Aggregate	GR410-20 mm 80 à 110 g	GR410-20 mm 80 à 110 g	GR8 20-40 mm 20 aggregates
Processes			
Heating ↓	Thermal shock at 500° C	Gradual heating up to-> 200°C No aggregates fracture Thermal expansion H-S-C damage	Gradual heating step by step No aggregates fracture Thermal expansion H-S-C ruin ; portlandite damage
Cooling ↓	Slowly in the furnace ->1 hour	20°C outdoors	Each temperature step ↙ ↘ 20°C outdoors 0°C water + ice
Post treatment		Processing Ball Mill-> 10 min	Ultrasound -> 10 min In water and 6.3 mm sieved

An optimized combined process is performed. It consists of a complete thermal-mechanical treatment. The experimental design is available with 12 parameters. Sequencing the method (Fig. 3) allows variations of the parameters. Tests are performed with the parameters detailed in Table 4.

Table 4 Parameters^a - Hot thermal mechanical process

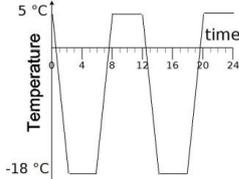
Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11
16	GR4 10/20	no sat.	1h	600°C	2h	Room temp.	10 min	421	No	~1/5	
19.1	GR4 10/20	no sat.	1h	600°C	2h	Room temp.	10 min	501	Small	~1/5	sieving
19.2	GR4 10/20	no sat.	1h	600°C	2h	Room temp.	10 min	502	Big	~1/5	
27.4	GR8 32/64	Pre sat 48h	1h	600°C	4h	Ice	5+25 min	502	Big+ small	~1/5	

^a parameters' signification (P1-P11) are described on Fig. 3

Cold thermal cycle

The principle of the cold thermal method is to saturate aggregates with water, then, to submit them at a low temperature. On applying light (e.g. mixer) mechanical treatment the mortar can be separated from the parent aggregate. Several thermal cycles and aggregate saturation conditions are tested. The two first experiments are summarized in Table 5.

Table 5 Cold thermal cycle – Firsts experimentations

	First	Second
Recycled Aggregate	GR4 : 4-6.3 mm ; 6.3-8 mm ; 8-20 mm 400 g	GR8 : 20-40 mm 20 aggregates
Processes		
Absorption – Saturation ↓	Immersion -> saturation at atmospheric pressure for 24h +/- 1 h, at 20 °C +/- 5°C.	Immersion -> saturation inside a desiccator under vacuum
Cooling ↓	4 hours at -17.5 +/- 2.5 °C.	5°C/-18°C cycles  - A 24 hours test -> 2 cycles - A three weeks test -> 40 cycles
Post treatment	Mixing (180 +/- 10 s.) Drying +sieving	sieved to 1 mm and 0.16 mm ↓ under upper cement paste presence samples aspect

After which, the optimized process is performed. It consists of thermal-mechanical treatment. Thermal phase consist of freeze-thaw cycles. Similar to hot thermal-mechanical treatment, the experimental design is sequenced of 12 steps (Fig. 4). Tests are performed with the parameters detailed in Table 6.

Table 6 Parameters^a - cold thermal mechanical process

Nr.	P1	P2	P3	P4	P5	P6	P7	P8	P9	P10	P11	
1		Dry					0 min	200	No	-		
2		Dry					2 min	400	Mixer	-		
3		Dry					10 min	400	Abrasion	Small		
4	GR 4/10 mm	Saturated	Cooling -10°C/h Heating +5°C/h	+5°C/ -10°C	1h45	4 cycles/24h. x4 days	0 min	200	No	-		
5		Saturated					2 min	400	Mixer	-		
6		Saturated					10 min	400	Abrasion	Small		
7		Immersed					0 min	200	No	-		
8		Immersed					2 min	400	Mixer	-		
9		Immersed					10 min	400	Abrasion	Small		
												sieving

^a parameters' signification (P1-P11) are described on Fig. 4

Experimental Results

Wear Mechanical Test (Micro Deval)

In a first approach, the efficiency of the process is checked using mass loss. It's considered that mass loss is composed of primary mortar (Fig. 5).

At first sight, the process seems efficient because mass loss is important, mainly for the smaller aggregates (4/10 mm) and with an application time greater than 30 minutes (> 10% on a 1.6 mm sieve). The results confirm that the smaller the aggregate size, the higher the mortar content found. As expected, an increase of application time increases mass loss.

However, in addition to incorporating a part of the primary aggregate worn by the test in the estimating amount of primary mortar, there is no guarantee that the treatment removes all the mortar. Moreover, it's not easy to choose a relevant sieve size to qualify the primary mortar or cement paste. Thus, when the composition of the primary concrete is unknown, an estimation of the mortar content can't be done and compared to mass loss. And, even if the composition is known, the composition of the mortar collected post treatment is unknown (sand proportion). So, a study based on mass loss determination is insufficient.

Without knowledge of the primary aggregate densities efficiency can't be totally validated. However, the visual check indicates that an application time of 120 minutes is needed. Unfortunately, it leads to the damaging of the primary aggregate (visual check), which could lead to loss of properties, for example the decrease of density observed for GR2 and GR6 (Fig. 6). Furthermore, mortar can be unstuck but not removed, thus, voids are

created between the mortar and primary aggregate. Moreover, standard deviation of effective density measurement is near to 0.07 g/cm^3 for coarse recycled concrete aggregate (4-14 mm). This involves being cautious regarding result interpretation.

The measurements of absorption coefficients confirm that the treatment is not complete since the values obtained are higher than those usually found for natural aggregate (Fig. 7).

The detailed results on GR6 (Table 7) don't emphasize the relevant sieve to distinguish mortar from aggregate because the difference between 1.6 mm and 4 mm is not significant and, by comparing primary aggregate properties, they confirm that the separation is not complete.

To obtain a clean aggregate it is necessary to apply wear over a long period. However, the removed material is not only composed of primary mortar. So a high value of mass loss does not ensure effective cleaning.

Table 7 Influence of selective sieve on evolution of density and absorption GR6-4-10 mm after mechanical treatment

Application time (min)	10			30			60			90			120		
Selective sieve [mm]	0.063	1.6	4	0.063	1.6	4	0.063	1.6	4	0.063	1.6	4	0.063	1.6	4
ρ_{rd} [g/cm^3]	2.25	2.28	2.35	2.35	2.30	2.42	2.36	2.33	2.34	2.33	2.41	2.41	2.31	2.36	2.40
W %	7.27	6.79	6.08	6.47	6.41	5.09	5.39	5.66	5.84	5.27	4.86	4.5	8.4	6.03	5.33
ρ_{rd} Rec. Ag. [g/cm^3]	2.23			W Rec. Ag. [%]			6.9			ρ_{rd} Primary Ag. [g/cm^3]			2.57		
	2.23			6.9			2.57			2.03					

ρ_{rd} [g/cm^3] : Effective density ; W [%] : water absorption

Sandblasting

This process is not of interest because of its high consumption of sand versus its low efficiency (Table 8). However, this method could be used in post processing to separate mortar removed by another previous treatment (e.g. thermal).

Table 8 Evolution of mass loss by sandblasting

Sample	Mass loss [%]				Mass loss [g]	Sand quantity [g]	Sample Mass [g]
Sandblasting time	30	60	90	120			
GR4 4/10 test 1	0.30	0.81	1.00	1.13	11.30	1381	1000
GR4 4/10 test 2	0.34	0.80	1.11	1.29	25.80	1722	2000
GR4 10/20 test 1	0.67	0.88	1.09	1.40	21.00	1951	1500
GR4 10/20 test 2	0.39	0.77	0.83	1.33	26.70	1605	2000

Chemical Attack by Hydrochloric Acid

These results and visual checks show that this method allows the dissolution of the cement matrix. The mass loss proportion is high: 26% on the 4 mm sieve and 38% on the 5 mm sieve. However, such tests cannot be applied to industrial use for two reasons. Firstly, the post treatment filtration generates a significant loss of material that cannot be recycled without significant processing because of the presence of residual acid. Hence, a secondary waste requiring treatment is created. Secondly, this process does not guarantee the preservation of the aggregates' quality. Indeed, the chemical reaction of hydrochloric acid with limestone aggregate is at the origin of the formation of calcium chloride and carbon dioxide.

Results in term of mass loss are of interest because they show a gap in mass loss from the 5mm sieve (4 mm : 26.5 % ; 5 mm : 38.4 %), and stabilization with the higher sieves (6.3 mm : 38.4% ; 8 mm : 36.1%). It can be supposed that, up to a diameter of 5 mm, primary aggregate are not included in the mortar. This gives an indication of the size of the post-treatment selective sieve.

Hot Thermal Cycle

First experiment: 500 °C thermal shock

The heat shocks greatly weaken the mortar and they create separation between the paste and the natural aggregate. However, natural aggregates have also been subjected to thermal shock and, so, are damaged. It is then possible to break the aggregates, manually (Fig. 8).

Second experiment: 200 °C + Ball mill

This first visual qualitative check shows that a large part of the removed attached mortar is now in a powder state and that gradual heating doesn't damage the primary aggregates (Fig. 8). The results of mass loss and density evolution confirm, firstly, that the mass loss criteria is insufficient to qualify the treatment efficiency. For example a mass loss of 25% (sample 2) leads to a density of 2.27 g/cm³ of the treated aggregate while a mass loss of 19% (sample 3) leads to a density of 2.4 g/cm³ of the treated aggregate. Secondly, it is observed that a thermal treatment is beneficial to the separation of mortar and aggregate when it is added to a mechanical process. Without thermal treatment, mass loss is limited to 16% and the treated aggregate density is 2.22 g/cm³. However, the applied temperature (200°C) is not high enough (see Fig. 8): the dilatation mechanisms and the H-S-C damage are not sufficient to ensure an efficient separation.

Third experiment: Progressive increase in temperature from 105°C to 600°C + cooling to 20°C or 0°C + ultrasound post treatment.

Visual checks indicate that a temperature higher than 500°C is required to sufficiently damage the mortar (Fig. 8). Nevertheless, ultrasound post treatment doesn't allow efficient separation of the damaged mortar from the aggregate. To compare the cooling modes' efficiency (0°C or 20°C), a 2D image analysis is performed. The number of particles in the sample, average area and perimeters are calculated. The efficiency of a 600°C treatment is confirmed since the area and perimeter increases come with high fragmentation: from 3075 mm² up to 145 mm² of area, from 239 mm up to 46 mm of perimeter and from 2 samples up to 52 samples. The results also tend to show greater efficacy using rapid cooling (89 samples, area of 137 mm², perimeter of 40 mm)

Optimized Hot thermal-mechanical process, first results.

Examples of the visual checks of three relevant tests (600°C), and their parameters presented in Table 9, are in Fig. 9. The results of all 64 performed tests [12] are not shown here.

Test Nr.16 led to a mass loss of 10 %. This low value is due to the presence of mortar that is detached from aggregate but is still contained in the sample (Fig. 9): As a result, the density is not increased (Table 9). For this process, the combination of a 600°C thermal and wear mechanical treatment allows the damaging of mortar, to remove it from aggregate. However, without ball crushing, it is not sufficient to separate aggregate and mortar by sieving.

The comparison between test Nr.19.1 and Nr.19.2 shows the efficiency of wear post-treatment with a large ball because the density is increased, significantly. However, a mass loss of 66% induces a loss of natural primary aggregate and leads to a high quantity of secondary waste. The same results are observed for the homemade recycled 32-64 mm aggregate: primary aggregate density isn't recovered (2.55 g/cm³).

Table 9 Parameters^a and results for thermal mechanical process.

P1	#ref	P2	P5	P6	P7	P9	Δm_{ind} [%]	ρ [g/cm ³]	ρ R.A. [g/cm ³]
<i>hot 3 relevant tests</i>									
	16	no sat.	2h	Room temp.	10 min	no	10	2.20	
GR4 10/20	19.1	no sat.	2h	Room temp.	10 min	small	18	2.29	2.27
	19.2	no sat.	2h	Room temp.	10 min	big	66	2.37	
GR8 32/64	27.4	Pre sat 48h	4h	Ice	5-25 min	Big+ small	58	2.35	2.14
<i>cold tests</i>									
	1	Dry	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	0 min	No	1.3	2.27	
	2	Dry	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	2 min	Mixer	8.5	2.37	
	3	Dry	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	10 min	Abrasion	6.9	2.32	
	4	Saturated	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	0 min	No	3.4	2.34	
GR4 4/10	5	Saturated	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	2 min	Mixer	14.7	2.33	2.28
	6	Saturated	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	10 min	Abrasion	16.3	2.36	
	7	Immerged	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	0 min	No	7.4	2.34	
	8	Immerged	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	2 min	Mixer	28.5	2.44	
	9	Immerged	1h45	4 cyc./24h. *4 d.	10 min	Abrasion	34.9	2.44	

^a parameters' signification (P1-P9) are described on Fig. 3 and Fig. 4.

Cold Thermal Cycle

First experiment: 24hr saturation + 4hr at -17.5°C cold cycle + mixing

The density of the mechanically treated sample is higher (2.6 g/cm³) than the density of the untreated sample (2.54 g/cm³). For this aggregate (GR4), the absolute density of primary aggregate is unknown but, usually, it is between 2.6 and 2.8 g/cm³. So, a freeze/thaw cycle plus mixing allows the damaging of the attached mortar. Moreover, sieving allows the removing and separation of the said attached mortar. It appears that several aggregates are well cleaned (Fig. 10). However, the freeze (-17.5°C) also weakens the aggregate and part of the aggregates were observed, after the mixer treatment, to have been damaged.

Second experiment: Immersion + saturation under vacuum + 5°C/-18°C freeze-thaw cycles + no post-treatment

The first heat cycle of 24 hours, without post treatment, failed to separate the aggregate cement paste. The second set of 3-week cycles shows results of particular interest. Simple 1 mm and 0.16 mm sieving allows the separation of the aggregates and the cement paste. The majority of aggregate is cleaned (Fig. 10).

Cold thermal-mechanical treatment

The most relevant results were obtained with freeze/thaw cycles "4 cycles/24hrs/4 days" (Table 9). In the case presented, saturated and immersed aggregates present the most pertinent results with a weight loss of 34.9% and a variation in the effective density of 6.66% compared with the recycled aggregate. Results are less efficient than those obtained, previously, due to treatment duration (4 days versus 3 weeks) and applied temperature (-10°C versus -17°C). The 17°C temperature was considered as unrealizable for an industrial plant.

Microwave

An additional microwave treatment combined with a mechanical process (mixing) increases mass loss and efficiency (Fig. 11: higher absolute density). These results can be compared to those obtained with hot thermal-mechanical processes.

Discussion

Efficiency Definition

Before choosing an efficient process for the cleaning of aggregates, efficiency itself needs to be defined. Similarly, methods used for mortar content determination should define the term: mortar content.

Firstly, it's necessary to determine the sieve which is considered as selective with regards to final separation: the size considered as the maximum of one of the aggregates constituting the primary mortar. Results analysis is dependent on this choice: the higher the sieve size, the more the mass loss increases and the process could be described as very efficient. The results obtained with the mechanical process illustrate the importance of such a choice (Fig. 5). That's one of the reasons why the average mortar content of RCA, reported in the literature, present high value dispersion [34, 35].

Secondly, a high mass loss can be attributed to mortar damage and to the separation from primary aggregates. This can also be attributed to primary aggregate damage, as confirmed by Yoda et al. 2003, in the case of mechanical process, or by Homand-Etienne and Zhao, for high temperature thermal treatment (>600°C) or in the case of acid treatment [36], [28]. Thus, the technical efficiency of processes cannot be, solely, analyzed by mass loss criteria. After treatment, a check of aggregate properties is necessary. A part of the results presented here confirms that mass loss is not systematically correlated to bulk density or to 24hr water absorption. The same observation is reported by Akbarnezhad, in the case of thermal treatment [35]. Furthermore, high mass loss does not lead to clean aggregate since the density of treated aggregate is lower than that of natural aggregate (e.g. Table 8). Without knowledge of the primary aggregates' initial properties, technical efficiency cannot be discussed, objectively. However, density values of post-treated aggregates (with a maximum of 2.44 g/cm³), reported by Akbarnezhad, can be compared to the usual values (>2.5 g/cm³) and, so, are in accordance with our results [35].

In the same way, it's difficult to establish a comparison of our results with contents of mortar values, reported in literature. In fact, experimental procedures used to determine content, and their limits, are not always detailed [35].

When primary concrete composition is known, Dao proposes the following model to estimate mortar content [8]:

$$Anat_{RCA} = \frac{(\rho_{RCA} - \rho_{parentC}) + (\rho_{parentA} - \rho_{RCA}) \times Anat_{parentC}}{\rho_{parentA} - \rho_{parentC}}$$

Equation 1

Anat_{RAC}: volumetric proportion of natural aggregate in the RAC; *Anat_{parent}*: volumetric proportion of natural aggregate from composition of parent concrete; ρ_{RCA} : RCA density; ρ_{parent} : parent concrete density; ρ_{parent} : parent aggregate density

This simplified approach considers that the relative proportions of paste and aggregate can evolve between the primary concrete and the recycled concrete aggregate without modifying the size of the primary aggregates. That means that the employed methods do not damage the primary aggregates.

Without knowledge of primary concrete composition, an estimation of the density of the attached mortar can be done by making assumptions about its composition. However, they induce biased results. Deodonne proposes different compositions of attached mortar and measures their densities $\rho_d = 1.98 \text{ g/cm}^3$ for mortar, $\rho_d = 1.7 \text{ g/cm}^3$ for micro-mortar and $\rho_d = 1.93 \text{ g/cm}^3$ for cement paste) [5]. Hansen confirmed these values for natural aggregate and attached mortar densities ($\rho_d = 2.65 \text{ g/cm}^3$ for natural aggregate vs 1.75 g/cm^3 for attached mortar) [37].

Finally, efficiency cannot be limited to technical efficiency. Energy consumption, noise generation, health risk and the production of second generation waste have to be taken into account to distinguish efficient global processes and to compare processes. Without which, the parameters which modify the efficiency of a process cannot be analyzed. However, it is difficult to compare processes.

Distinguishing Processes

Regarding the results, it appears that individual treatment is not sufficient and that there is not any one treatment which allows the removing of all the mortar without damaging primary aggregates. Indeed, bulk density stays lower than expected for a natural aggregate while water absorption is higher. These results are in accordance with the literature: even when the most efficient treatment is applied (global efficiency), 17% of mortar is still contained in the treated aggregate [10]. According to previous discussion about efficiency definition, processes cannot be totally compared with one another or with those reported in literature.

Combining several processes can improve efficiency by combining the advantages of each one. Thus, wear by mechanical processes (MDE wear) is efficient for an application time of at least 30 minutes. These results are in accordance with those mentioned by Yoda [14]. The processing duration and, also, high energy consumption is necessary to achieve a minimal efficiency of abrasion treatment by shocks (20 minutes for Los Angeles test). Thermal processes allow the damaging of mortar by hot thermal stresses and by mineral phase destruction but, as shown in Fig. 8, a temperature higher than 500°C (up to 600°C) is required to damage enough mortar, specially portlandite, according to Fig. 12 [38]. Homand-Etienne and Houper, confirm that a temperature of 600°C is needed [36].

To conclude, concerning the efficiency of pre-saturation or rapid cooling in ice after heating, as presented by Bazant and Kaplan and confirmed by De Juan and Gutierrez, the whole experiment design of the hot thermal-mechanical process proposed needs to be performed and analyzed with the aim of identifying the relevant parameters [21, 39]. Similarly, the application of damage by freeze-thaw cycles on primary mortar, mainly by thermal stresses and the expansion of ice (Table 8) and with a high saturation state, improves efficiency as confirmed by the results of Yang, Brown and Cheney [20]. Low energy micro wave application or sandblasting, used alone, are inefficient. However, they could be combined for a first post treatment. Chemical attack by acid is efficient regarding technical objectives but cannot be applied to an industrial plant because of the health and environmental impact. The use of this process must be limited to check the quantity of mortar content in the laboratory if primary aggregates do not react to acid, as studied by Zhao [26].

Combining the advantages of each process, described above, leads to the thermal-mechanical treatments proposed here, or, by Shima et al [17] or Nogushi [29]. They appear to be the most promising processes on condition that the method is sequenced step by step as proposed in this study, and can be described as the follow: hot or cold heat treatment to damage mortar // wear by mechanical treatment to unstick mortar and to crush it to reduce size aggregates // micro wave application with low energy, ultrasound or sandblasting applied simultaneously or, before sieving, in order to separate constituents provided that the selected sieve is defined // a quality check by measuring the properties of cleaned aggregates (densities, absorption, mechanical strengths). At this time, visual checks are still the most appropriate method for analyzing the cleanness of aggregate although observation can be subjective. In this sense, more recent studies performed since this study suggest adding a sequenced step of visual sorting to select cleaned aggregates. The mass percentage of cleaned aggregates that can be reused compared to treated recycled aggregate is low (19%). However, the aggregates obtained are of appropriate quality. Moreover, 24% of treated aggregates are cleaned but broken, 13% of treated aggregates are composed of mortar and 27% of treated aggregates are partially cleaned. The rest is composed of fine elements. Ferland and Florea propose also a combination of processes (pressure plus abrasion), leading to easily recyclable aggregates although no control on the properties of the treated aggregates were performed [16, 17]. Such a global process including the optimization of the initial crushing is interesting on condition that properties and qualities of the treated aggregates are controlled.

Conclusions and Further Study

Thanks to a short preliminary process review, this study allows the identifying of relevant treatments depending on the most appropriate separation of mortar and/or of the most appropriate quantification of the attached mortar of RCA. These selected methods, or combinations of them, are then tested in the laboratory in order to determine their efficiency. Their efficiency is analyzed using mass loss, density variation measurements and visual comparison.

First, it appears that, in order to distinguish an efficient process for aggregate treatment, efficiency itself needs to be defined (mass loss or density measurement vs cleaned aggregates ratio). In the same way, the constitution of primary mortar should be defined (the maximum aggregate size of which it is constituted). Furthermore, the process efficiency is difficult to determine because of the lack of knowledge of primary aggregate properties. As a major objective of this study is to develop methods in the laboratory which are transferable on a wider scale, global efficiency needs to take into account not only the technical criteria of cleanness but also the environmental and industrial criteria.

Experimental results indicate that aggregates are never completely cleaned and / or can be damaged by the applied treatments. Thus, no method is 100% satisfactory. However, combined processes, such as the thermal-mechanical treatment proposed here, appear to be the most promising processes on condition that the method is sequenced step by step.

The next steps of this study will consist in performing the two complete experimental designs of thermal mechanical experiments (hot and cold) and the multi-criteria analysis in order to determine, step by step, the relevant value of parameters. In order to improve the definition of the efficiency and the cleanness of the aggregates, many checks will be performed, such as density and absorption measurements, visual checks, mechanical strength, grading curves, etc. Thus, their non-damaging properties or the evolution of their properties will be verified. Then, the environmental impact, especially energy consumption of the optimized processes, will be determined to ensure appropriate industrial application.

Acknowledgments

The authors would like to thank the members of the French National Recybeton Project for providing the RCA samples. The authors also wish to acknowledge Mr. Danko Mandić for his contribution to the realization of the tests and COLAS (laboratory of Heillecourt, France) who allowed us to perform the sandblasting tests.

References

1. Vandecasteele, C., Heynen, J., Goumans, H.: Materials Recycling in Construction: A Review of the Last 2 Decades Illustrated by the WASCON Conferences. *Waste Biomass Valorization*, 4, 695–701 (2013).
2. Coronado, M., Dosal, E., Coz, A., Viguri, J.R., Andrés, A.: Estimation of Construction and Demolition Waste (C&D) Generation and Multicriteria Analysis of C&D Management Alternatives: A Case Study in Spain. *Waste Biomass Valorization*, 2, 209–225 (2011).
3. Serres, N., Braymand, S., Feugeas, F.: Environmental evaluation of concrete made from recycled concrete aggregate implementing life cycle assessment. *J. Build. Eng.*, 5, 24–33 (2016).
4. Braymand, S., Roux, S., Kunwufine, D., Mihalcea, C., Feugeas, F., Fond, C.: Recycled aggregates concrete: a high development potential material in concrete. In: *Matériaux 2014*, p. 10. , Montpellier (France) (2014).
5. Deodonne K: Studies of the physicochemical characteristics of recycled aggregate concrete and their environmental impact, PhD Thesis, Strasbourg University, p. (2015).
6. Tsoumani, A.A., Barkoula, N.-M., Matikas, T.E.: Recycled aggregate as structural material. *Waste Biomass Valorization*, 6, 883–890 (2015).
7. Braymand, S., François, P., Feugeas, F., Fond, C.: Rheological properties of recycled aggregate concrete using superplasticizers. *J. Civil Eng. and Arch.*, 9, 591-597 (2015).
8. Dao, D.-T.: (Multi-) recycling of hydraulic concrete, PhD Thesis, Central School of Nantes, p. 309 IFFSTAR (2012).
9. Sri Ravindrarajah, R., Tam, C.T.: Recycling concrete as fine aggregate in concrete. *Int. J. Cem. Compos. Lightweight Concr.* 9, 235–241 (1987).
10. Torgal, F.P. ed: *Handbook of recycled concrete and demolition waste / edited by F. Pacheco-Torgal ... [et al.]*. Woodhead Pub, Cambridge ; Philadelphia (2013).
11. Thomas, J. J., Jennings, H.: *Materials of Cement Science Primer* TEA-21 Year 5 Final Report.
12. French National Project RECYBETON, <http://www.pnrecybeton.fr/>.
13. Afnor, Norme NF EN 1097-2: Tests for mechanical and physical properties of aggregates: methods for the determination of resistance to fragmentation. p 34 (2010).
14. Afnor, Norme NF EN 1097-1: Tests for mechanical and physical properties of aggregates: methods for the determination of the resistance to wear (micro-deval). p 14 (2011).
15. Yoda K., Harada M, Sakuramoto F: Field application and advantage of concrete recycled in-situ Recycling Systems. Thomas Telford Serv. Ltd. 437–446 (2003).
16. Eerland D. : Recycling of concrete 2.0. In: WASCON 2015, Santander (Spain) (2015)
17. Florea M.V.A, Ninig Z., Brouwers H.J.H.: Smart crushing of concrete and activation of liberated concrete fines. TU/e. Final report (2014)

18. Linß, E., Mueller, A.: High-performance sonic impulses—an alternative method for processing of concrete. *Int. J. Miner. Process.* 74, S199–S208 (2004).
19. Shima, H., Tateyashiki, H., Matsuhashi, R., Yoshida, Y.: An Advanced Concrete Recycling Technology and its Applicability Assessment through Input-Output Analysis. *J. Adv. Concr. Technol.* 3, 53–67 (2005).
20. Akbarnezhad, A., Ong, K.C.G., Tam, C.T., Zhang, M.H.: Effects of the Parent Concrete Properties and Crushing Procedure on the Properties of Coarse Recycled Concrete Aggregates. *J. Mater. Civ. Eng.* 25, 1795–1802 (2013).
21. Bazant, Z.P., Kaplan, M.F.: *Concrete at high temperatures: material properties and mathematical models*. Longman (1996).
22. Yang, Z., Brown, H., Cheney, A.: Influence of Moisture Conditions on Freeze and Thaw Durability of Portland Cement Pervious Concrete. In: *Concrete Technology Forum: Focus on Pervious Concrete*. pp. 24–25. Citeseer (2006).
23. Ronning, Torje F.: *Freeze-Thaw Resistance of Concrete: Effect of Curing Conditions, Moisture Exchange and Materials*. (2001).
24. Menard, Y., Bru, K., Touze, S., Lemoign, A., Poirier, J.E., Ruffie, G., Bonnaud, F., Von Der Weid, F.: Innovative process routes for a high-quality concrete recycling. *Waste Manag.* 33, 1561–1565 (2013).
25. Tasong, W.A., Lynsdale, C.J., Cripps, J.C.: Aggregate-cement paste interface. *Cem. Concr. Res.* 29, 1019–1025 (1999).
26. Akbarnezhad, A., Ong, K.C.G., Zhang, M.H., Tam, C.T., Foo, T.W.J.: Microwave-assisted beneficiation of recycled concrete aggregates. *Constr. Build. Mater.* 25, 3469–3479 (2011).
27. Tam, V.W.Y., Tam, C.M., Le, K.N.: Removal of cement mortar remains from recycled aggregate using pre-soaking approaches. *Resour. Conserv. Recycl.* 50, 82–101 (2007).
28. Zhao, Z., Wang, S., Lu, L., Gong, C.: Evaluation of pre-coated recycled aggregate for concrete and mortar. *Constr. Build. Mater.* 43, 191–196 (2013).
29. Akbarnezhad, A., Ong, K.C.G., Zhang, M.H., Tam, C.T.: Acid Treatment Technique for Determining the Mortar Content of Recycled Concrete Aggregates. *J. Test. Eval.* 41, 20120026 (2013).
30. Momber, A.W.: Aggregate liberation from concrete by flow cavitation. *Int. J. Miner. Process.* 74, 177–187 (2004).
31. Nogushi: Proceedings of session in honor of Dr. Enrico Borgarello, Professor Theodore W. Bremner, Professor David W. Fowler, Professor Konstantin Kovler, Professor Koji Sakai. Second International Conference on SCMT, Ancona, Italy (2010).
32. Dean, S.W., Abbas, A., Fathifazi, G., Burkan Isgor, O., Razaqpur, A.G., Fournier, B., Foo, S.: Proposed Method for Determining the Residual Mortar Content of Recycled Concrete Aggregates. *J. ASTM Int.* 5, 101087 (2008).
33. Afnor, Norme NF EN 197-1: Composition, specifications and conformity criteria for common cements. p 36 (2012).
34. Li, X.: Recycling and reuse of waste concrete in China: Part I. Material behaviour of recycled aggregate concrete. *Resour. Conserv. Recycl.* 53, 36–44 (2008).
35. Akbarnezhad, A., Ong, K.C.G.: Separation processes to improve the quality of recycled concrete aggregates (RCA). In: *Handbook of Recycled Concrete and Demolition Waste*. pp. 246–269. Elsevier (2013).
36. Homand-Etienne, F., Houpart, R.: Thermally induced microcracking in granites: characterization and analysis. *Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr.* 26, 125–134 (1989).
37. Hansen, T.C.: Recycled aggregates and recycled aggregate concrete second state-of-the-art report developments 1945–1985. *Mater. Struct.* 19, 201–246 (1986).
38. Fares, H., Remond, S., Noumowe, A., Cousture, A.: High temperature behaviour of self-consolidating concrete: Microstructure and physicochemical properties. *Cem. Concr. Res.* 40, 488–496 (2010).
39. De Juan, M.S., Gutiérrez, P.A.: Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Constr. Build. Mater.* 23, 872–877 (2009).

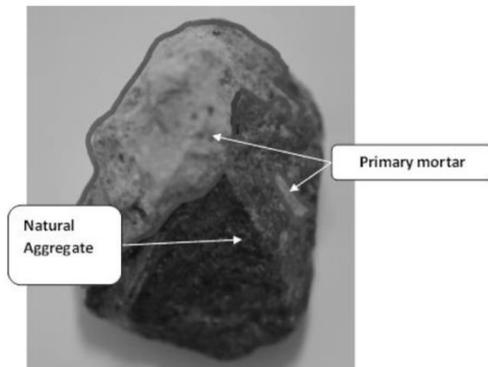


Fig. 1 Recycled Concrete Aggregate Constitution [5]

Origin : Powerpoint

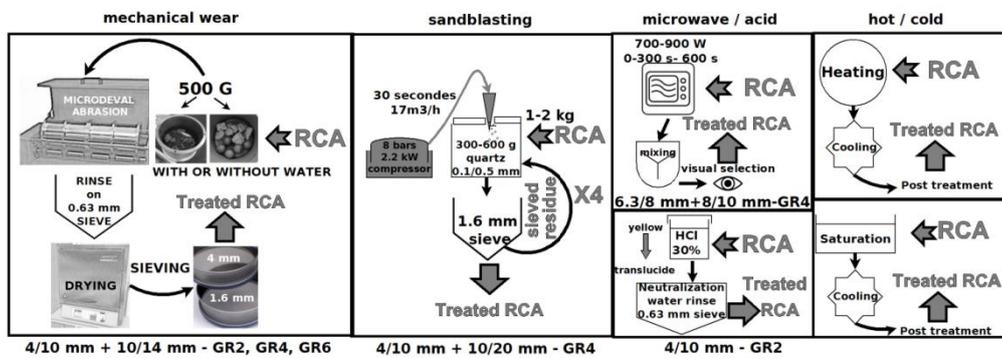


Fig. 2 Simple processes

Origin : DIAW

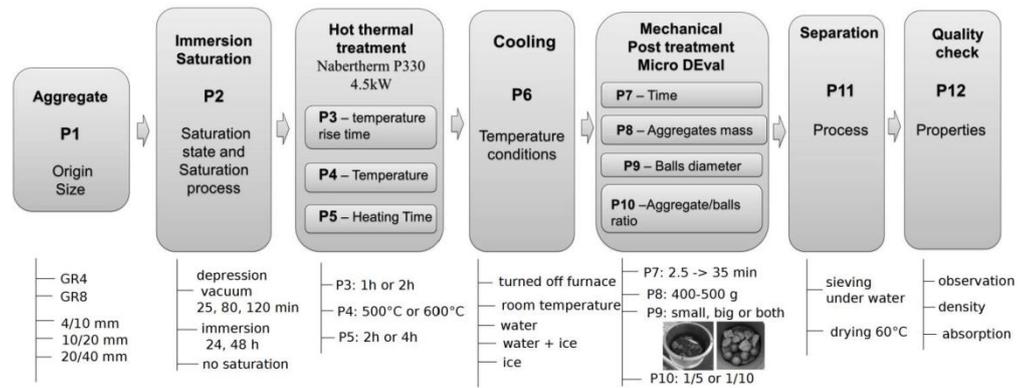


Fig. 3 Hot thermal-mechanical experimental design

Origin DIAW

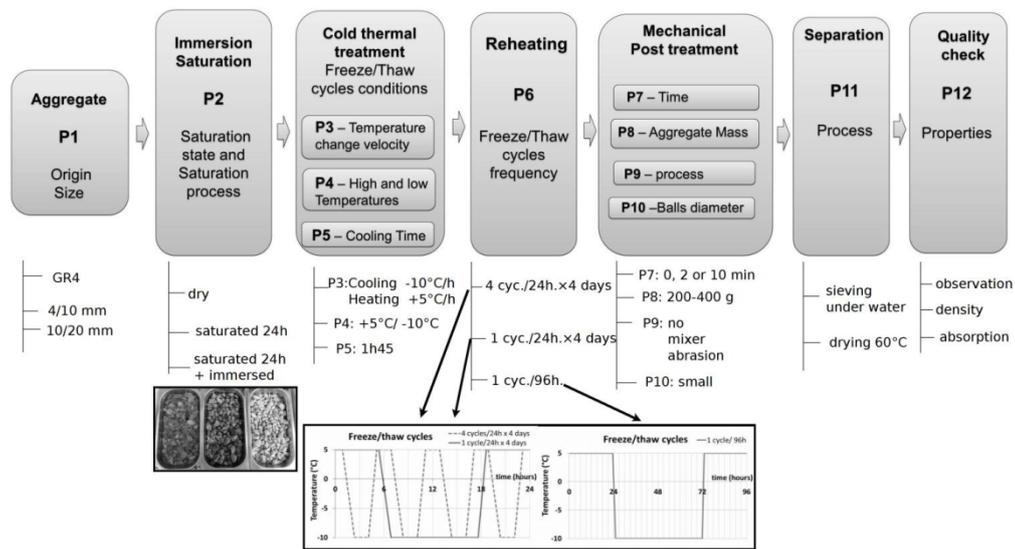


Fig. 4 Cold thermal-mechanical process experimental design
Origin DLAW

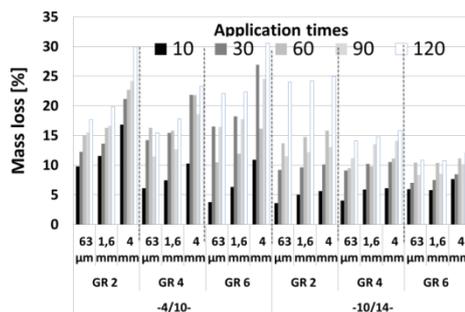


Fig. 5 Mass loss – wear test – various application times and sieve diameters
Origin excel

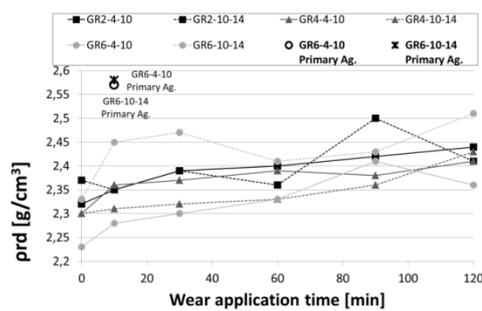


Fig. 6 Effective densities function of wear time – 1,6 mm sieve

Origin excel

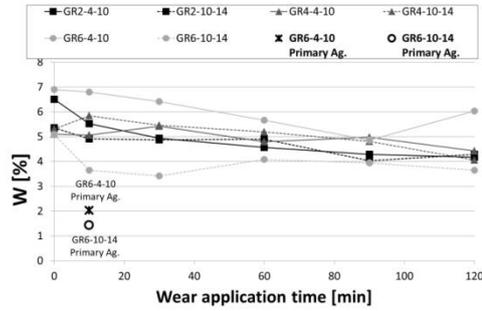


Fig. 7 absorption coefficients function of wear time – 1,6 mm sieve

Origin excel

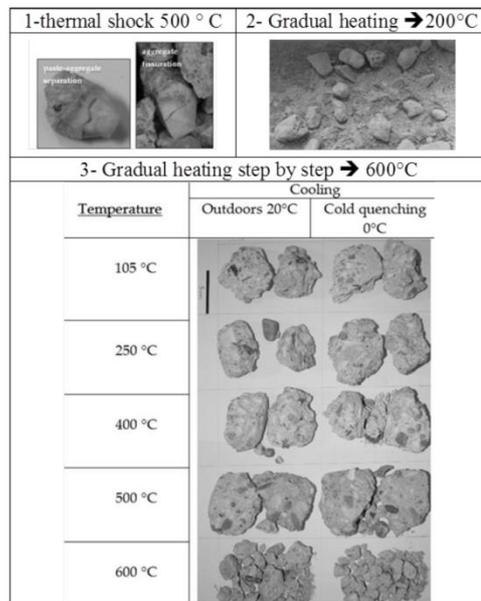


Fig. 8 Comparison of the 3 first hot thermal treatments

Origin WORD

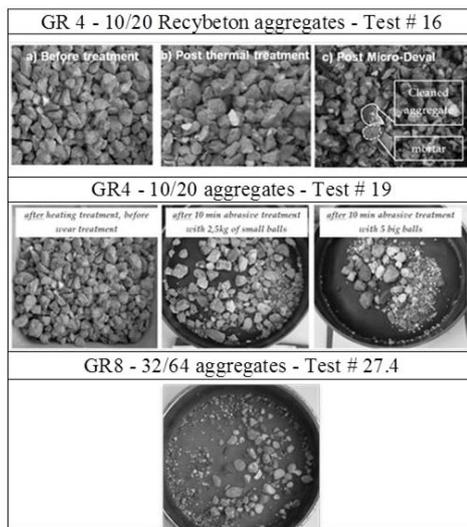


Fig. 9 Hot thermal- mechanical treatment
Origin WORD

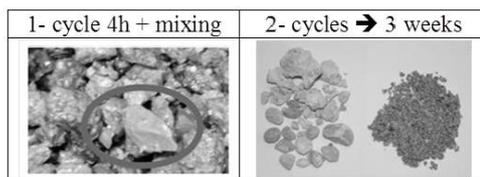


Fig. 10 Comparison of the 2 first cold thermal treatments
Origin WORD

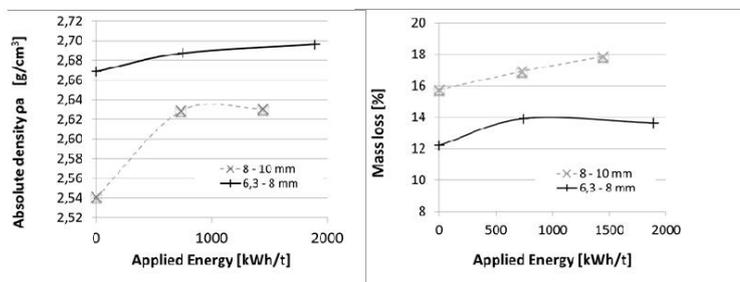


Fig. 11 Evolution of the absolute density and mass loss vs applied power (treatment MW)
Origin excel

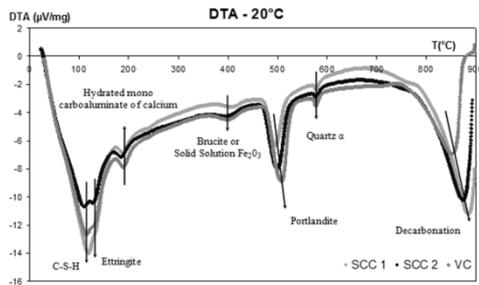


Fig. 12 Thermal differential analysis of Concrete [38]

