



Projet National de recherche et développement

RAPPORT DE RECHERCHE

Thème 1

RAPPORT DE FABRICATION INDUSTRIELLE CLINKER RECYBETON « CR1 » AVRIL/MAI 2016

L. Izoret - ATILH

R/18/RECY/048
LC/16/RECY/89
Juillet 2018

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

RAPPORT DE FABRICATION INDUSTRIELLE

CLINKER RECYBETON « CR1 » AVRIL/MAI 2016

Contenu

1. Résumé	2
2. Objectifs	2
3. CONSTITUTION DU CRU.	2
3.1. Caractéristiques du produit.....	2
3.2. Recette du cru / Tas de pré-homo	3
3.3. « Montée » des silos d’homo.	4
3.3.1. Finesse du cru sortie broyeur	5
3.3.2. Quartz.....	5
4. Cuisson	5
4.1. Farine alimentation four.	5
4.1.1. Perte au feu de la farine alimentation four.....	6
4.1.2. Finesse de la farine alimentation four.....	6
4.1.3. Quartz.....	7
4.2. Farine chaude cyclone IV.....	7
4.3. Clinker.....	7
4.3.1. RCs clinker gypsé	7
5. ANNEXES.....	9
5.1. Analyses laboratoire usine	9
5.1.1. Farine Entrée Four (prélèvement chaque poste)	9
5.1.2. Clinker (prélèvement chaque 2 heures).....	11
5.2. Données process	13
5.3. Données combustibles	16



1. RESUME

- ~900 tonnes de sables Recybéton (Granulats VICAT, carrière de Bourg les Valences), ont été livrées à Créchy. Un tas de pré-homo de 5160 tonnes a été constitué les 21 et 22 avril 2016 avec 14.6% de sables Recybéton. Afin de garder un taux de quartz admissible au four, les ~750 tonnes de sables Recybéton ont été introduites en substitution des sables de fonderie.
- 3 silos d'homos ont été remplis avec le cru « Recybéton » avec les mêmes consignes qualité que pour le cru standard. La finesse du cru était également équivalente à un cru classique, avec 14.5% de refus à 90 µm et 1.2% à 200 µm. Le taux de quartz du cru recybéton (8.2%) était compris entre un cru standard et un cru SR3. Le taux de quartz > à 45 µm de l'ordre de 4.7%, était également proche des crus habituels.
- La cuisson du cru recybéton s'est déroulée du samedi 30 avril à 9h au lundi 2 mai à 22h. Un bourrage cyclone ayant eu lieu juste avant le basculement de cru, a obligé l'usine à redémarrer directement avec le cru recybéton. D'après les opérateurs, le cru recybéton a été globalement plus « difficile » à cuire. Four instable, montées de CaOI, clinker poussiéreux, avec des croûtages et décroûtages fréquents. La production du clinker a été isolée comme convenu, du samedi 30 à 12h au lundi 2 mai 22h. Il est à noter, qu'il n'y a pas eu d'effet notable de transition lors du retour en cru standard.
- Des résistances ont été faites sur le clinker gypsé. En comparaison avec le clinker standard de l'usine, les résistances sont plus faibles, notamment à 28 jours. (57 MPa contre 62 MPa pour le ck standard) Cette perte de RCs est probablement due aux difficultés de cuisson. (%C3A cub plus faible par exemple)
- En conclusion, l'introduction de sable Recybéton, tel que celui testé, (criblé, et trié) en moins grande proportion ne devrait pas poser de problème majeur.

2. OBJECTIFS

- Fabriquer un clinker « standard » en introduisant 15 % de sable « Recybéton » dans le cru.

3. CONSTITUTION DU CRU.

3.1. Caractéristiques du produit

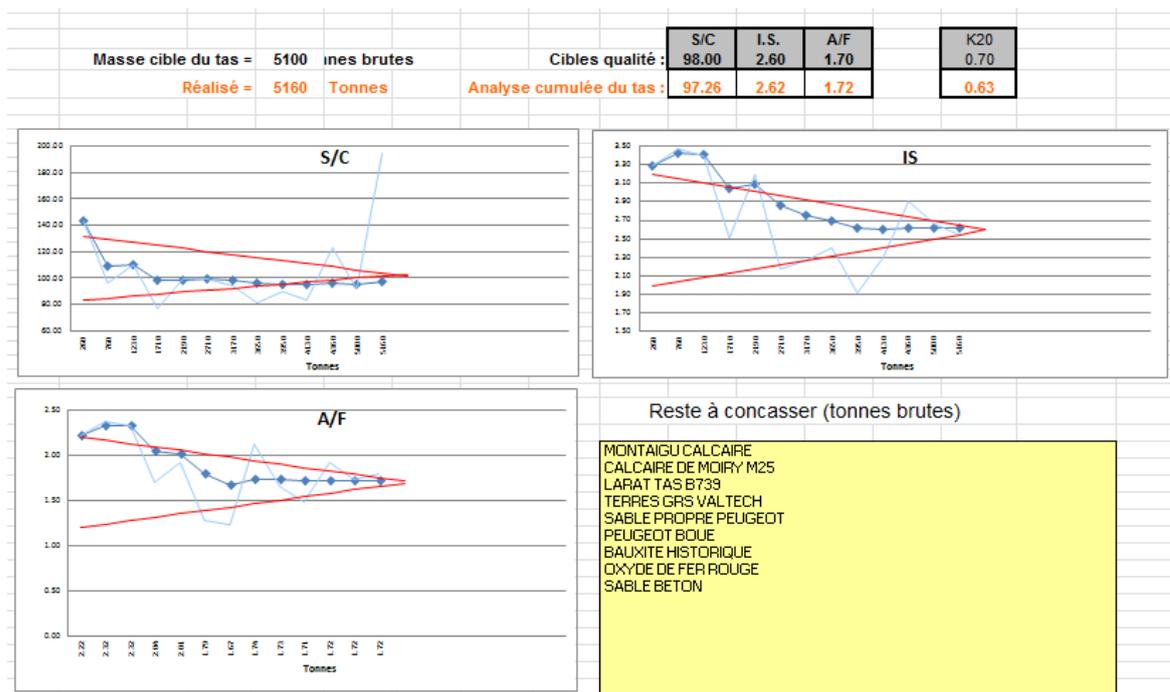
- 3 analyses du sables Recybéton ont été réalisées à l'usine du Créchy. Elles sont présentées dans le tableau suivant :



	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl	PaF	H ₂ O	Quartz
	%	%	%	%	%	%	%	%	PPM		%	%
	43.2	6.70	1.84	26.5	0.94	1.46	1.45	0.47	0	16.9	8.14	43.3
	42.0	6.13	2.02	27.1	1.13	1.35	1.70	0.37	250	17.6	7.51	41.2
	43.4	6.95	1.99	24.9	1.12	1.43	1.78	0.38	0	16.3	7.57	43.6
Moyenne	42.9	6.59	1.95	26.2	1.06	1.41	1.64	0.41	83	16.9	7.74	42.70
E. Type	0.76	0.42	0.10	1.14	0.11	0.06	0.17	0.06		0.65		1.29

3.2. Recette du cru / Tas de pré-homo

- Un tas de 5160 tonnes de matières premières a été construit pour cet essai. Afin d'ajuster les constituants pour respecter les règles de construction des tas de pré-homogénéisation, un échantillon composite sur 1 heure a été constitué à la tour d'échantillonnage, et analysé chaque heure.
- La teneur en quartz étant importante dans le sable recybéton (42.7% moyen), et afin de garder un cru à peu près équivalent au standard de l'usine de Créchy, il a été décidé de substituer les sables de fonderies par ce produit.
- Les cibles du tas de pré-homo étaient :
 - o LSF : 98
 - o MS : 2.6
 - o A/F : 1.7
 - o SO₃ : 0.35
- La recette du cru finale lors de la construction du tas de pré-homo a donc été de:
 - o 14.6% de sable recybéton
 - o 2.3% de terres excavées
 - o 25.6% marnes calcaire (Créchy)
 - o 27.6% Calcaire (Moiry)
 - o 27.1% Calcaire (Montaigu)
 - o 1.5% bauxite
 - o 0.8% oxyde de fer
 - o 0.5% gypse



- A noter que la pré-homo a nécessité un taux de calcaire plus élevé que pour un tas classique. La composition finale équivaux quasiment à un tas standard.
- Le taux de quartz obtenu lors de la construction du tas est de 9.82%. Les tas standards sont en moyenne similaires de l'ordre 8 à 9 %.

3.3. « Montée » des silos d'homo.

- Le procédé de l'usine de Créchy concernant l'homogénéisation est un mode dit « batch ». L'objectif de cette stratégie est que la chimie cumulée des prélèvements sortie broyeur, doit d'atteindre les cibles qualité pour la fin de remplissage du silo. La farine est ensuite mélangée par soufflage durant 2.5 heures. Ainsi, 4 silos d'homo, ont été remplis pour les essais, soit 5760 tonnes de cru broyées
- Un échantillon de matière a été prélevé à la sortie du broyeur chaque heure pendant la consommation du début de tas de pré-homo, et ce, afin d'ajuster au plus vite la chimie du silo. Puis, retour à une fréquence standard d'un prélèvement chaque 2 heures.
- Pas de différence notable lors du broyage du cru.

Cibles	102		2.56			
	LSF		MS		A/F	
Homo	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type
3306	101.55	4.43	2.53	0.06	1.75	0.033
3307	101.84	3.11	2.57	0.06	1.77	0.026
3308	101.63	3.23	2.58	0.07	1.81	0.009
3309	104.16	6.46	2.68	0.07	1.75	0.029

3.3.1. Finesse du cru sortie broyeur

- La finesse du cru recybéton est équivalente au cru standard et SR3 de l'usine. Légèrement inférieure à 90µm.

	Cru Standard 2016*	Cru Recybéton	Cru SR3 2016*
% Refus à 200 µm	1.4	1.2	1.1
% Refus à 90 µm	15.8	14.5	14.9
% Refus à 45 µm	35.5	33.8	35.2

(* valeurs à fin juin 2016)

3.3.2. Quartz

- Le taux de quartz du cru recybéton est globalement équivalent aux valeurs usuelles du cru standard usine et inférieur au cru SR3. Ces valeurs représentent les moyennes des analyses DRX effectuées durant les « montées d'homos ».

	Cru Standard 2016*	Cru Recybéton	Cru SR3 2016*
Quartz Moyen brut	7.20	8.17	11.1
% Quartz > 45 µm	14.23	13.92	19.6
% Q > 45µm sur brut	5.1	4.71	7.2
% Q > 45 vs Q brut	71.9	57.9	59.9

(* valeurs à fin juin 2016)

4. CUISSON

- Alimentation du four avec la farine recybéton à partir du samedi 30 avril 2016 à 09 :00. Retour en farine standard le lundi 2 mai à 22 :00.
- A compter du samedi 30 avril à 12 :00, et jusqu'à la fin de l'essai, les caractéristiques du clinker répondant aux critères recherchées, le clinker a été stocké en marge du stock classique.

4.1. Farine alimentation four.

- Des analyses ont été effectuées au laboratoire de l'usine sur des prélèvements effectués une fois par poste. (chaque 8h) Ont été réalisés, FX, DRX, Refus par tamisage à 200, 90 et 45 µm, taux de quartz Brut et > 45µm.
- Excepté l'A/F un peu fort, les critères de références (LSF, MS) sont dans valeurs usuelles du cru standard.

Alimentation four	LSF		MS		A/F	
	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type
Recybéton	101.9	1.4	2.59	0.02	1.75	0.05
Cru standard	102.3	1.8	2.59	0.06	1.65	0.08

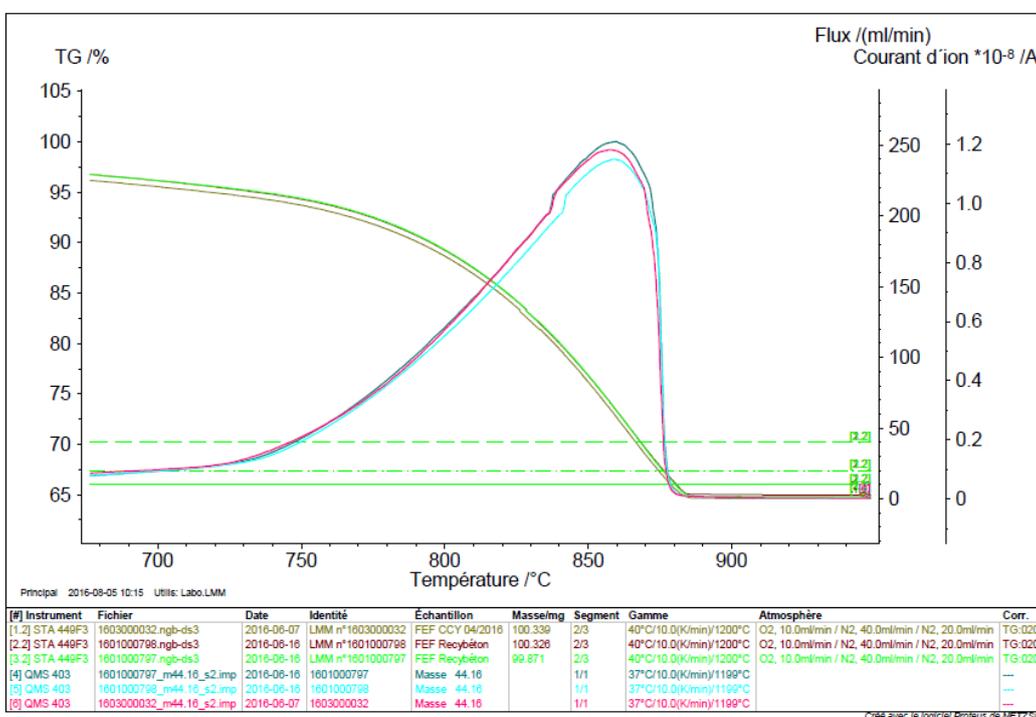
- Alimentation du four avec la farine recybéton à partir du samedi 30 avril 2016 à 09 :00. Retour en farine standard le lundi 2 mai à 22 :00.

4.1.1. Perte au feu de la farine alimentation four

- Paradoxalement à ce que nous aurions pu attendre la perte au feu du cru recybéton est équivalente au cru standard de l'usine.

	Cru Standard (référence)	Cru Recybéton (LMM)
PaF 950°C	35.96	35.6

- Une analyse ATG a été réalisée sur 3 échantillons de Farine entrée four. (2 crus recybéton et une référence) Les deux crus sont équivalents. Voir courbes ci-dessous (bleu = recybéton ; rouge = cru de référence)



4.1.2. Finesse de la farine alimentation four

- La finesse du cru recybéton est équivalente au cru standard et SR3 de l'usine. Légèrement inférieure à 90µm.

	Cru Standard 2016*	Cru Recybéton
% Refus à 200 µm	1.2	1.1
% Refus à 90 µm	14.8	15.3
% Refus à 45 µm	33.6	34.3

(* valeurs à fin juin 2016)

4.1.3. Quartz

	Cru Standard 2016*	Cru Recybéton
Quartz Moyen brut	6.5	7.4
% Quartz > 45 µm	15.8	15.5
% Q > 45µm sur brut	5.3	5.3
% Q > 45 vs Q brut	81.6	72.1

4.2. Farine chaude cyclone IV

- Des analyses chimiques ont été effectuées au laboratoire de l'usine sur des prélèvements de farine chaude effectués une fois par poste (chaque 8h) sur chaque cyclone IV (Allier & Carrière)

Farine chaude Cyclones IV	Perte au feu		SO ₃		Chlore	
	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type
Recybéton Allier	7.9	5.0	3.8	0.9	0.53	0.18
Recybéton Carrière	12.1	2.4	3.5	0.6	0.58	0.2
Moyenne 2016 Allier	12.0	4.5	3.38	0.9	0.53	0.12
Moyenne 2016 Carrière	12.5	4.3	3.4	0.8	0.54	0.12

4.3. Clinker

- Deux fois par poste, un échantillon de clinker brut a été prélevé pour analyses FX, DRX et CaOI. ~3000 tonnes de clinker ont été produit. 300 tonnes ont été déclassées sur les périodes de transitions. (~10% de la production contre 11 % de déclassé en 2016))

Cibles Clinker	>55 % C ₃ S		C ₂ S		< 2.5 % CaOI	
	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type	Moyenne	E. Type
Recybéton	62.8	4.1	15.8	3.5	1.33	0.9
Moyenne 2016	64.2	5.5	14.7	5.1	1.37	0.9

4.3.1. RCs clinker gypsé

- Un échantillon moyen de la campagne a été constitué par les ronds chimistes. Des résistances à la compression ont été réalisées sur ce mix ainsi que les analyses classiques, à savoir : DRX, FX, ...



- Les performances de ce clinker moyen gypsé sont en cohérence avec les analyses. ~3 points de C3S en moins ainsi qu'un % de C3A cubique inférieur à la moyenne du clinker standard de l'année, sont le reflet d'une cuisson plus difficile.

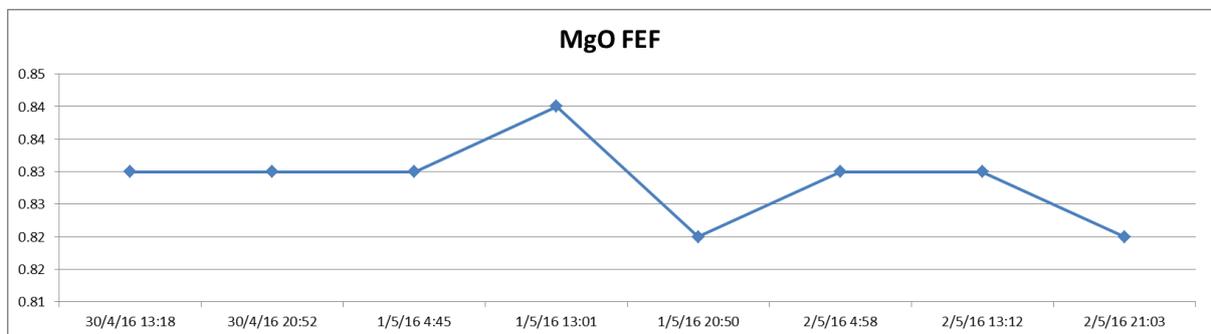
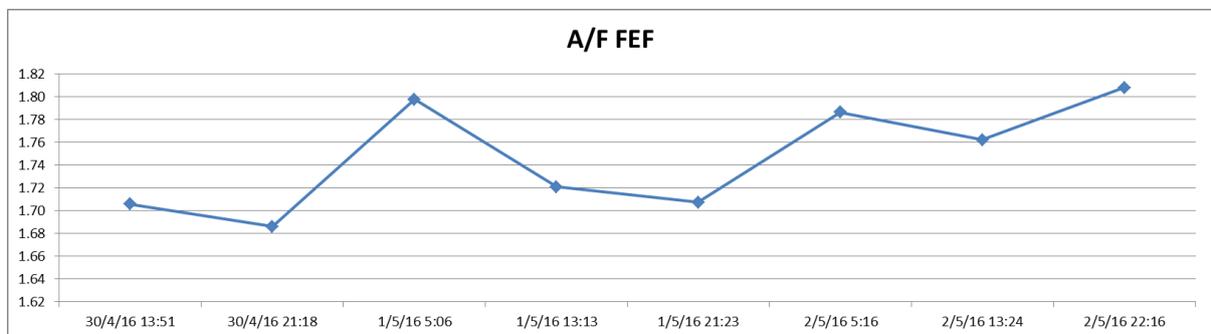
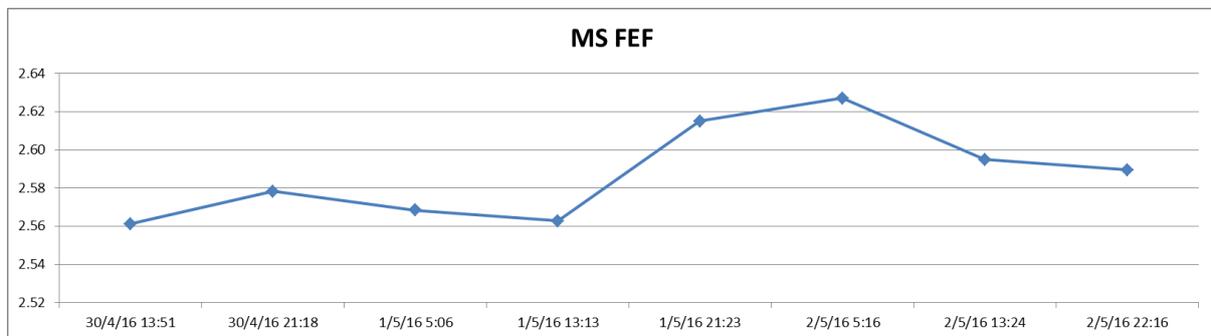
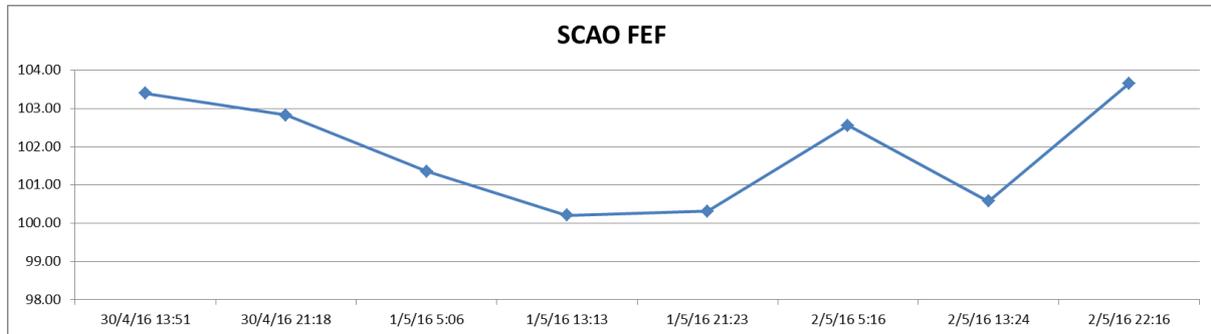
Clinker moyen	Somme des Alites	Somme des Bélites	Ratio Alites/ Bélites	% C3A cub / C3A total
Recybéton	62.7	16.2	3.87	33
Moyenne 2016	65.5	14.1	4.89	50

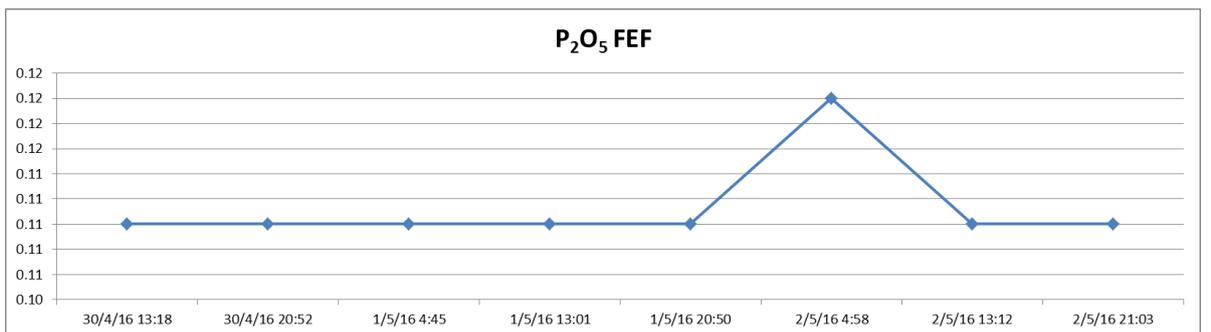
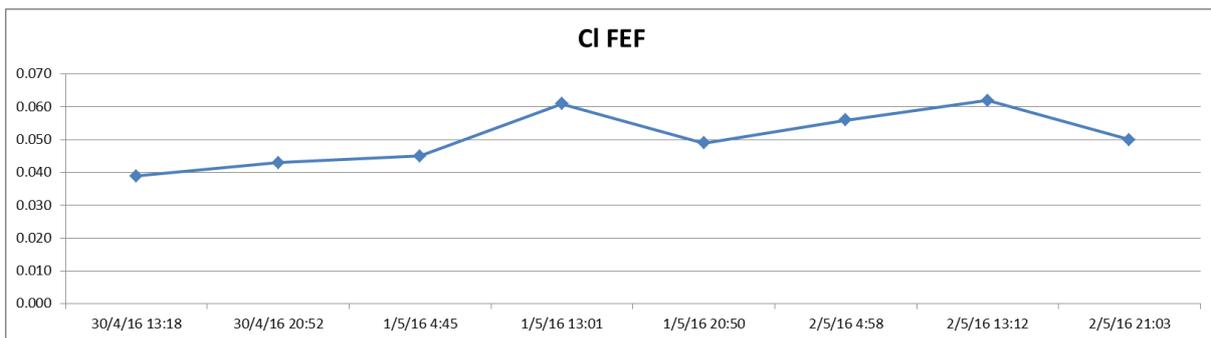
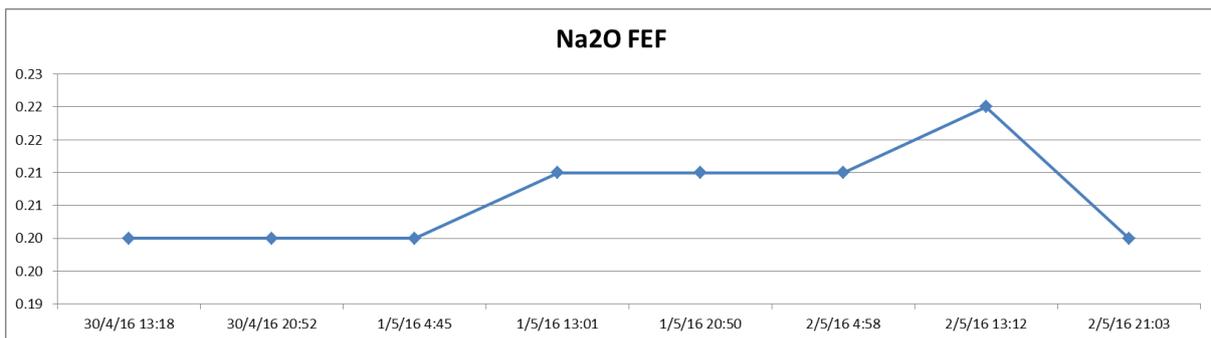
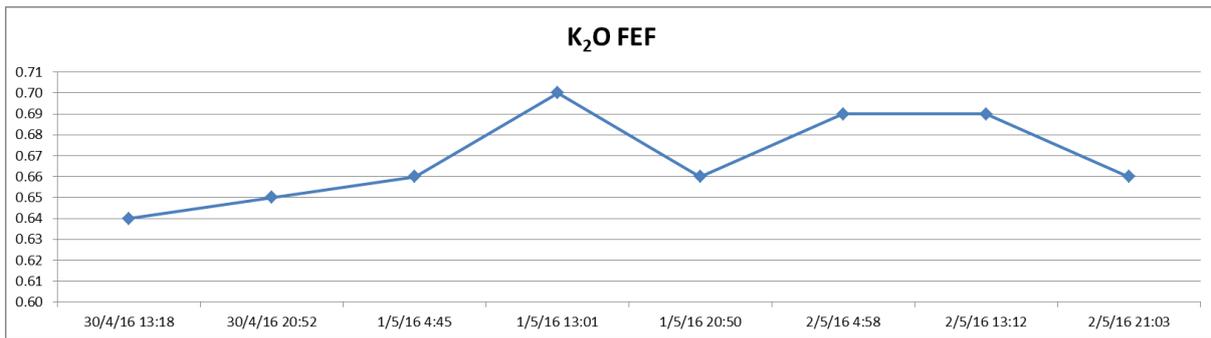
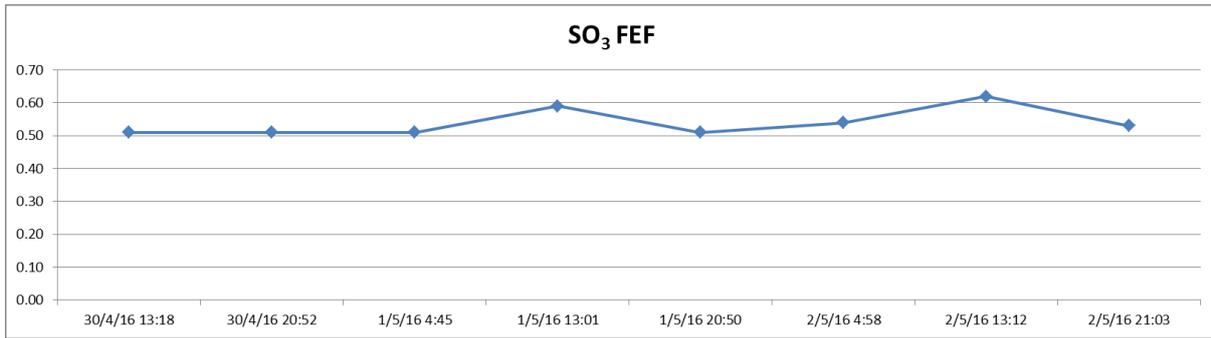
Clinker gypsé	RC 1 J	RC 2 J	RC 7 J	RC 28 J
Recybéton	19.1	29.2	46.0	56.6
Moyenne 2016	20.3	31.5	49.9	62.4

5. ANNEXES

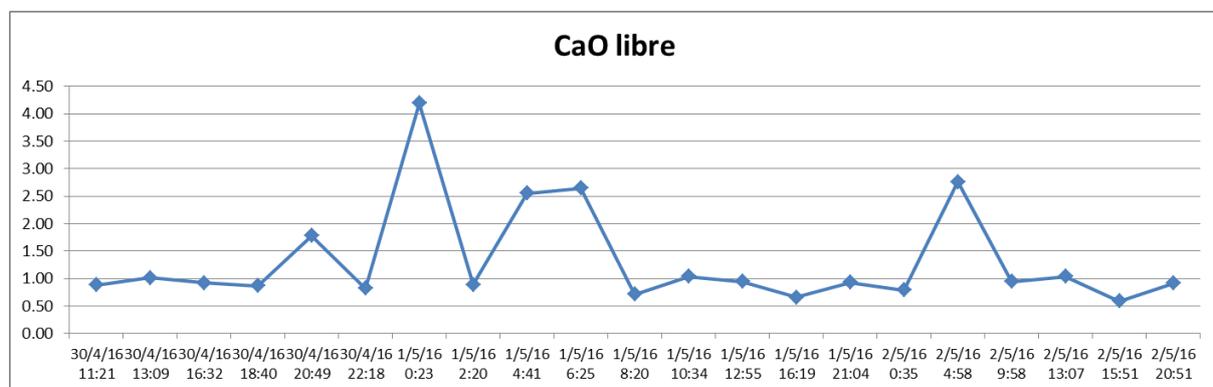
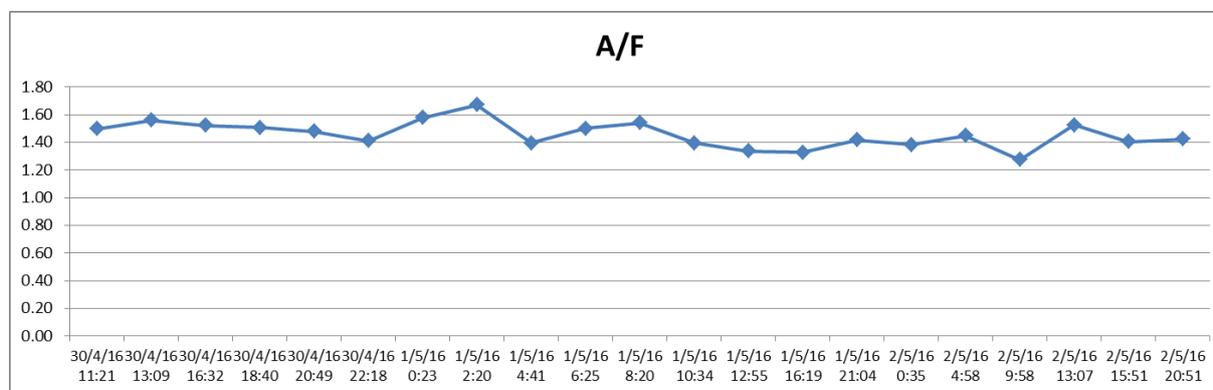
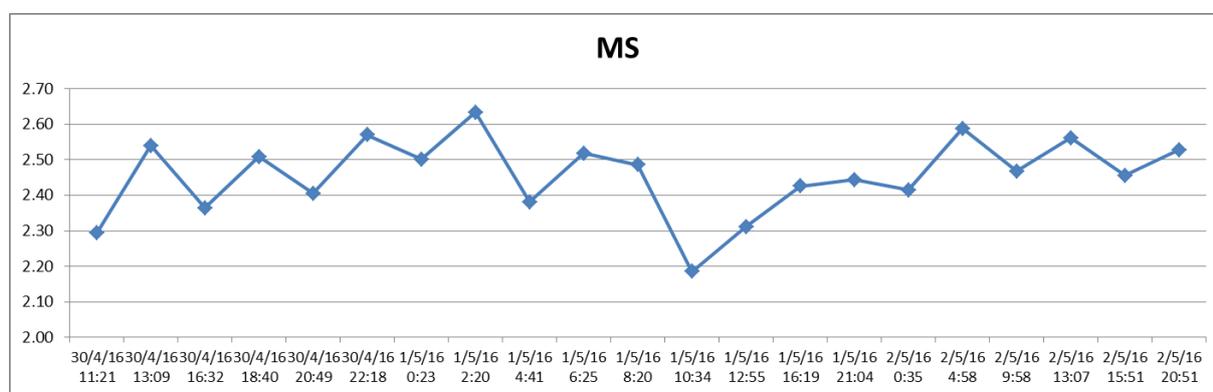
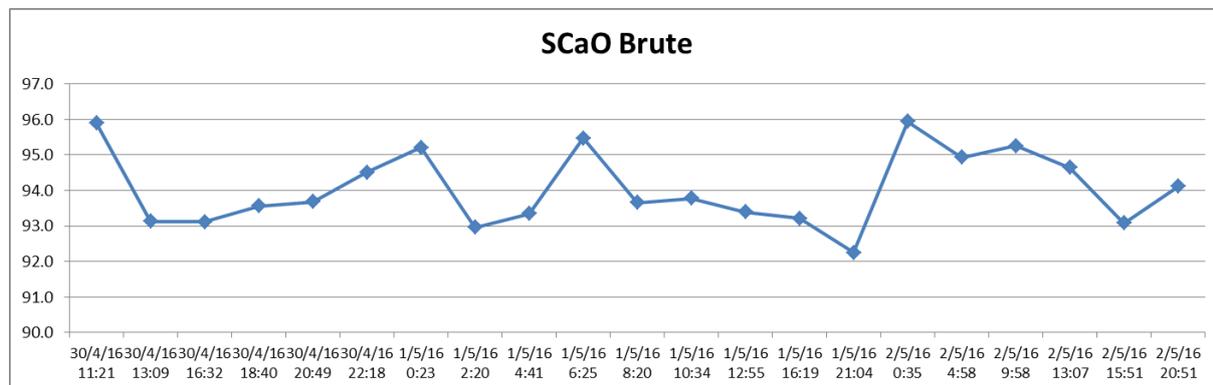
5.1. Analyses laboratoire usine

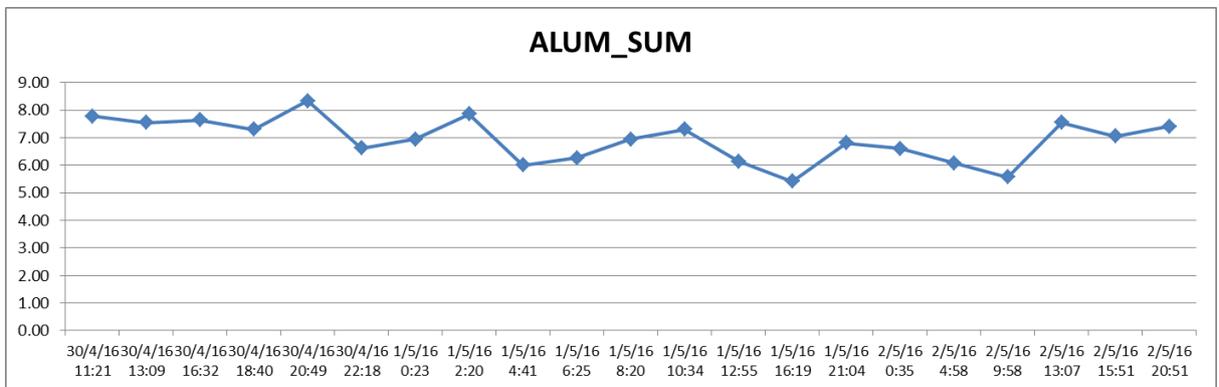
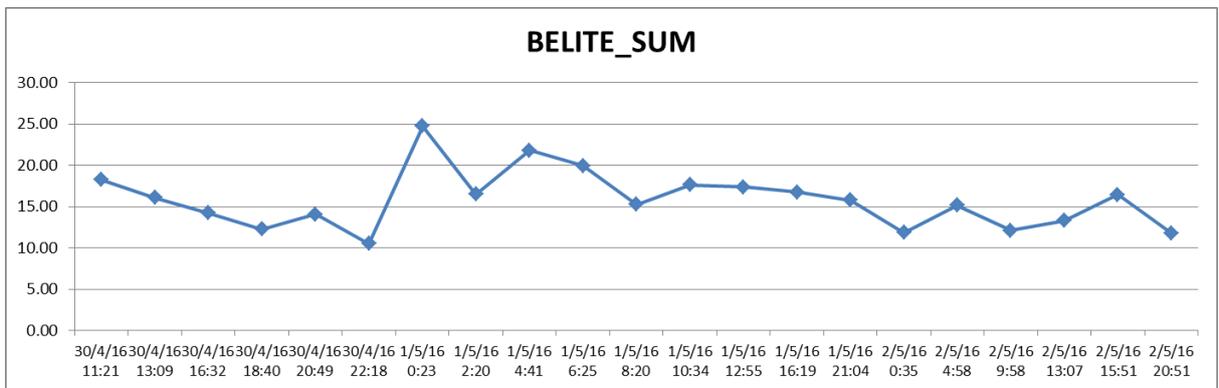
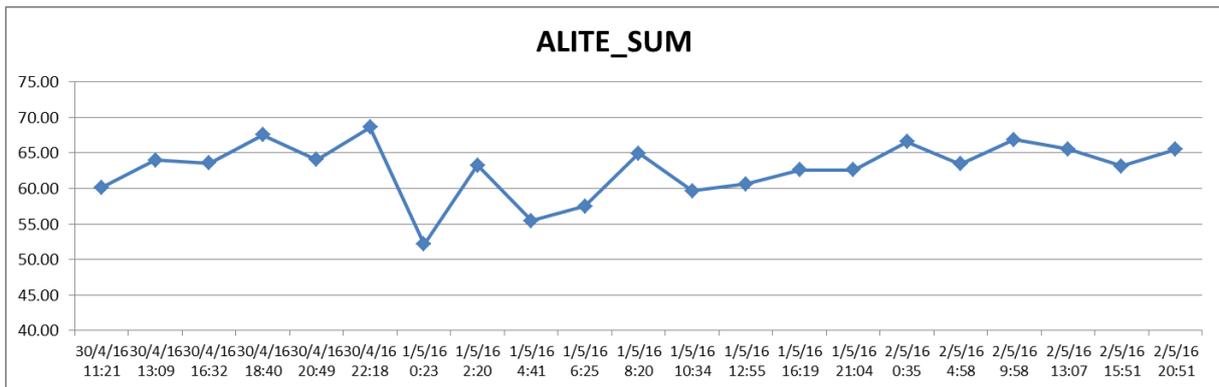
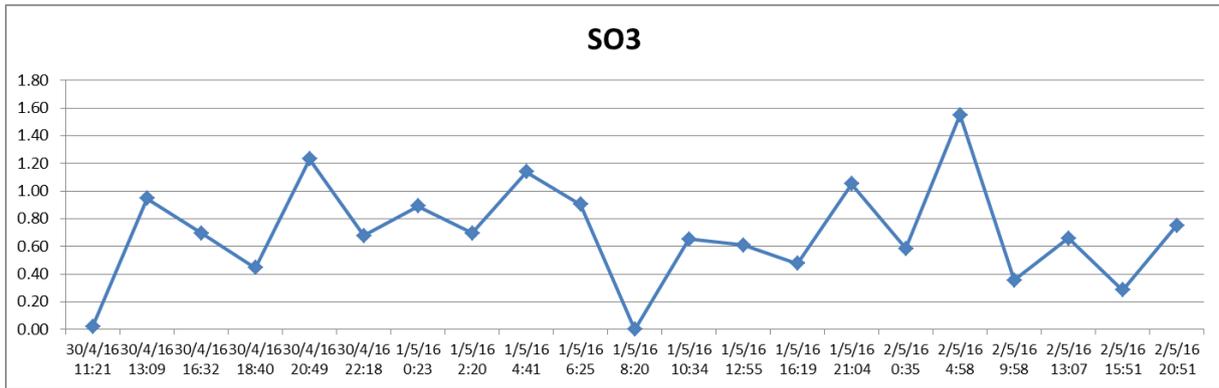
5.1.1. Farine Entrée Four (prélèvement chaque poste)

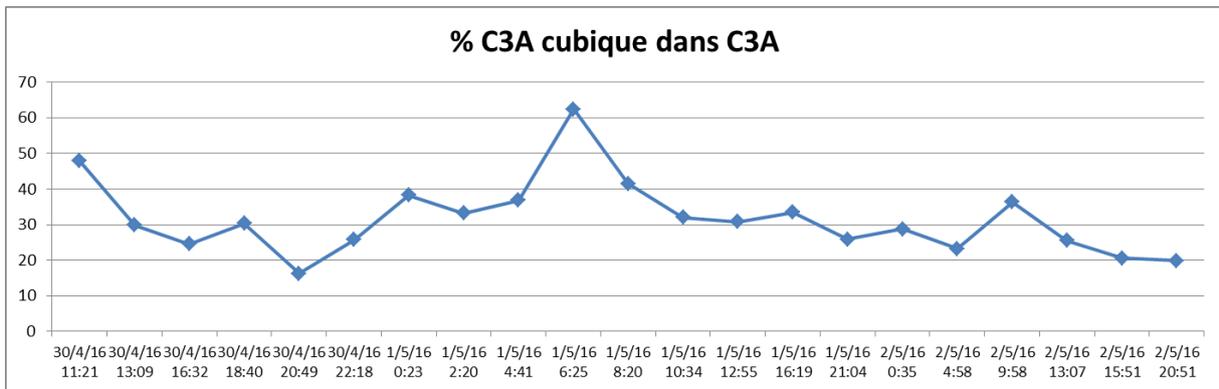
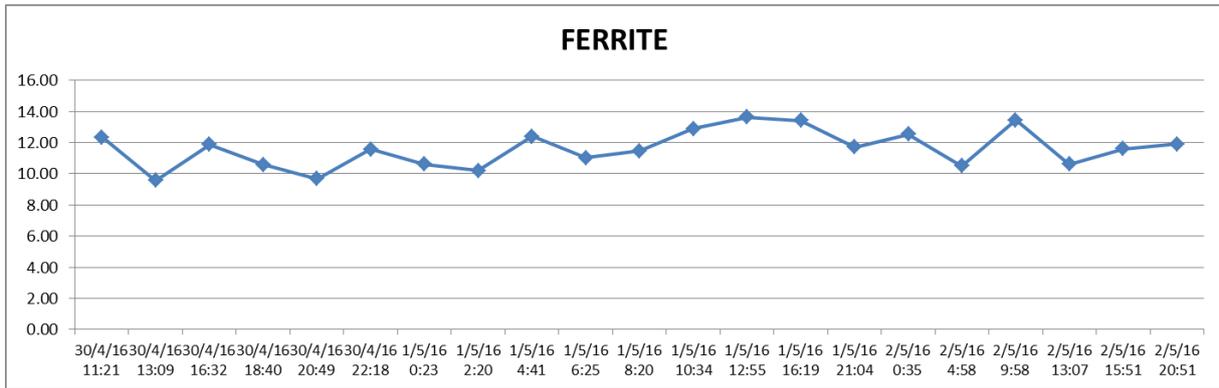




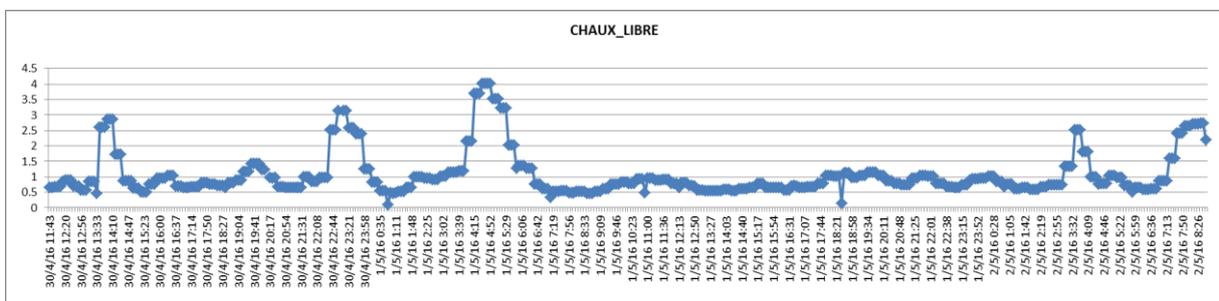
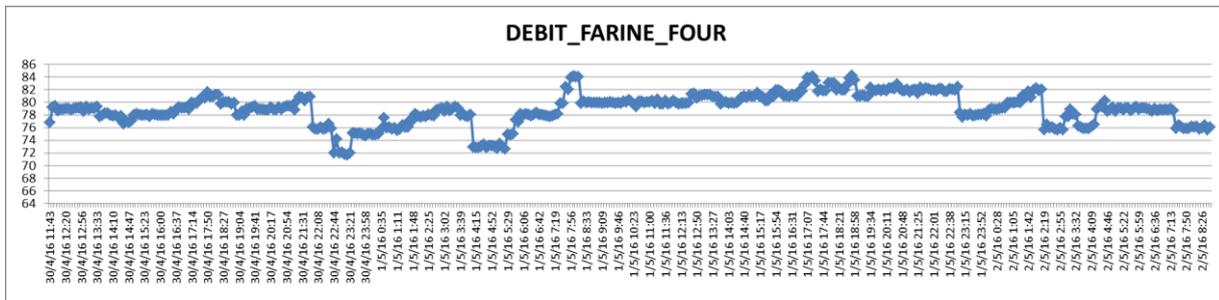
5.1.2. Clinker (prélèvement chaque 2 heures)

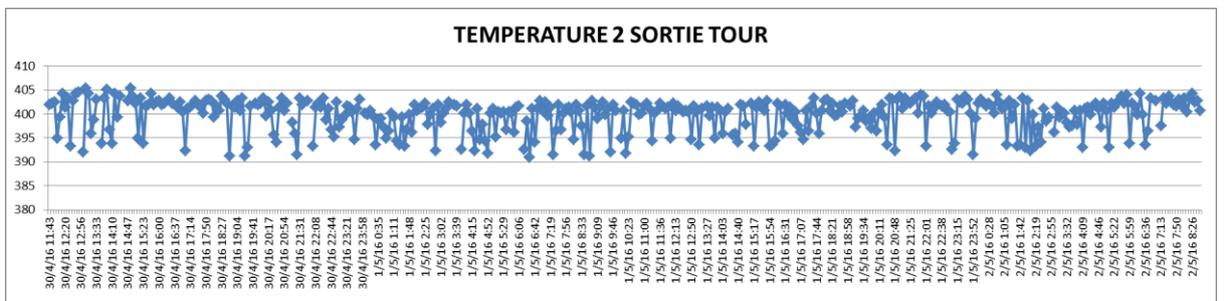
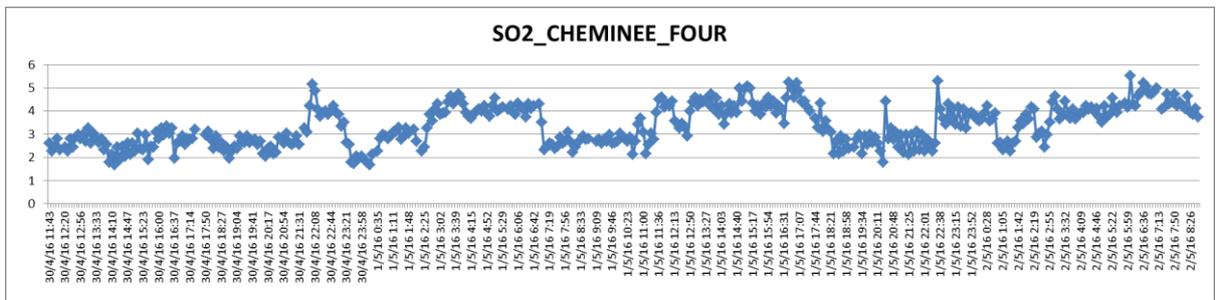
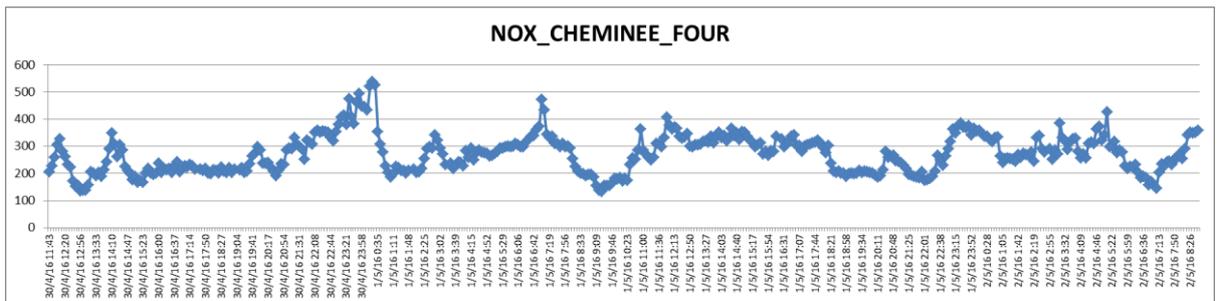
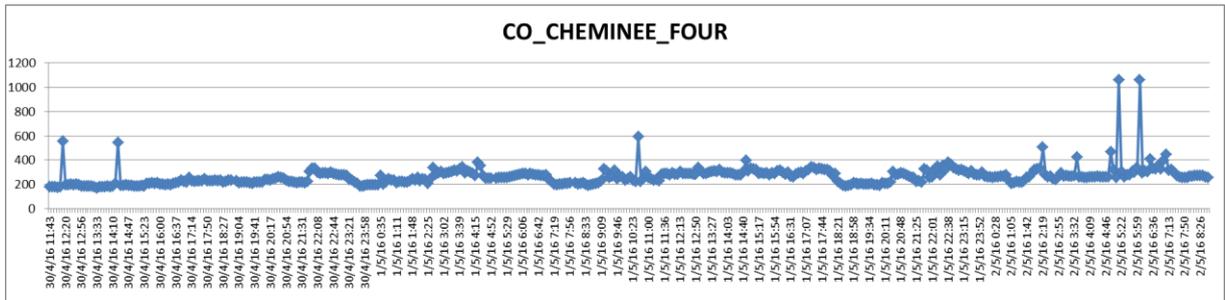
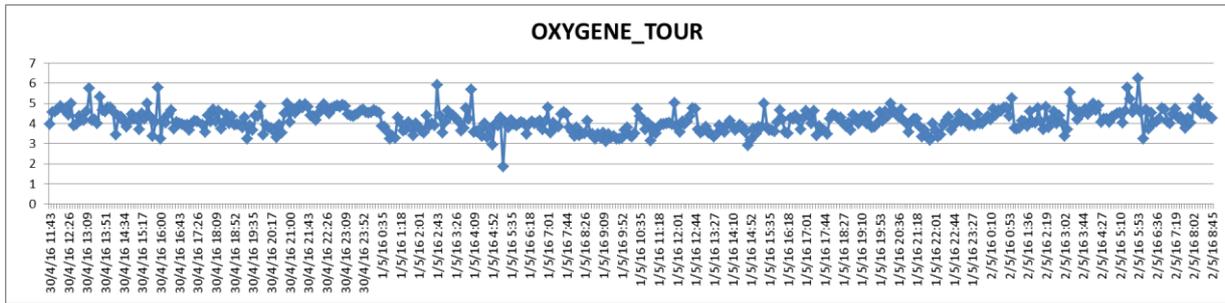


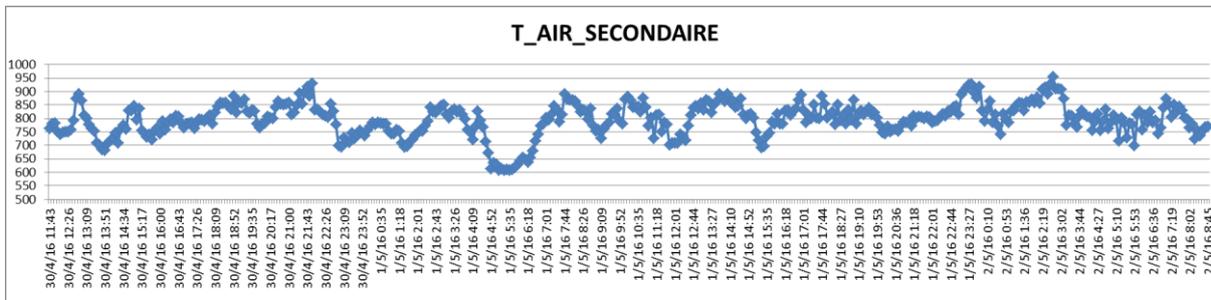
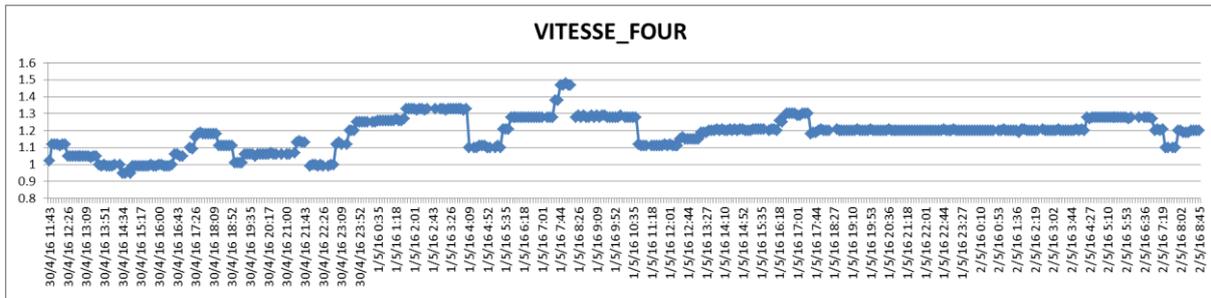
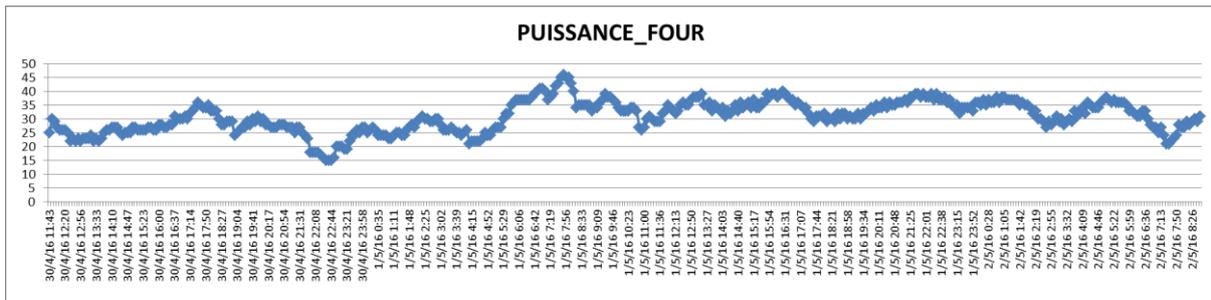
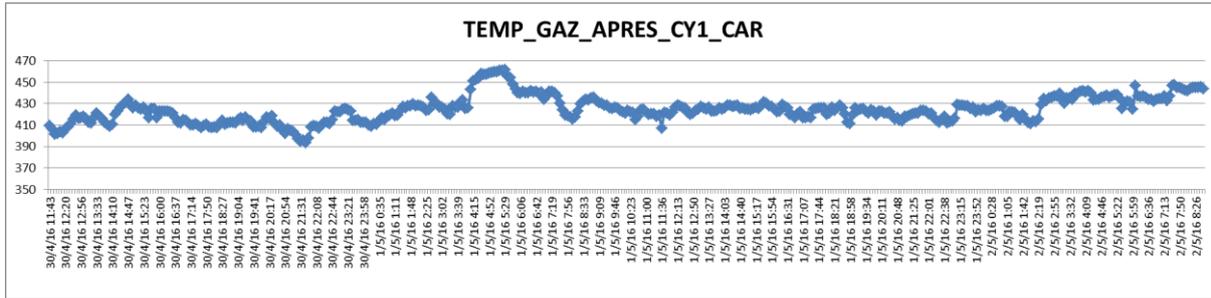
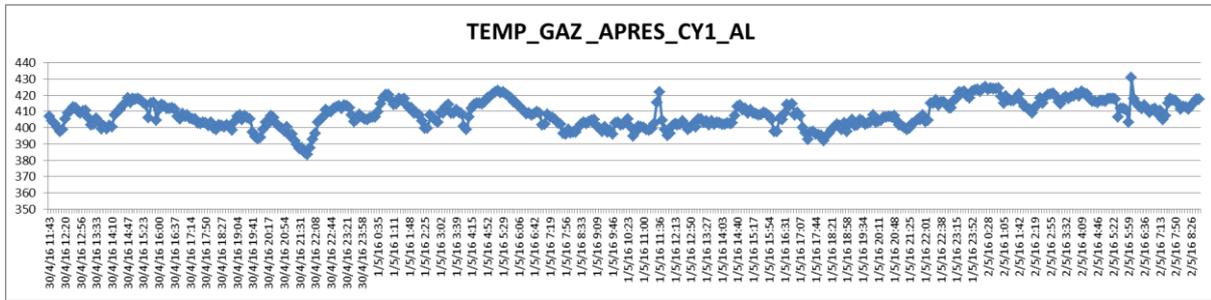


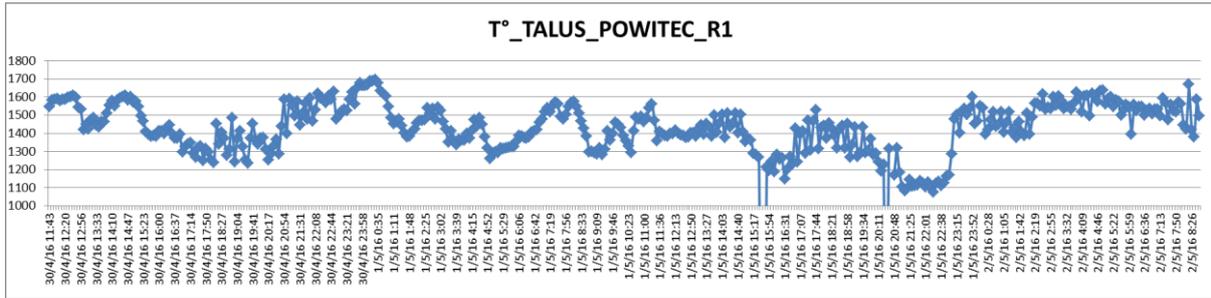
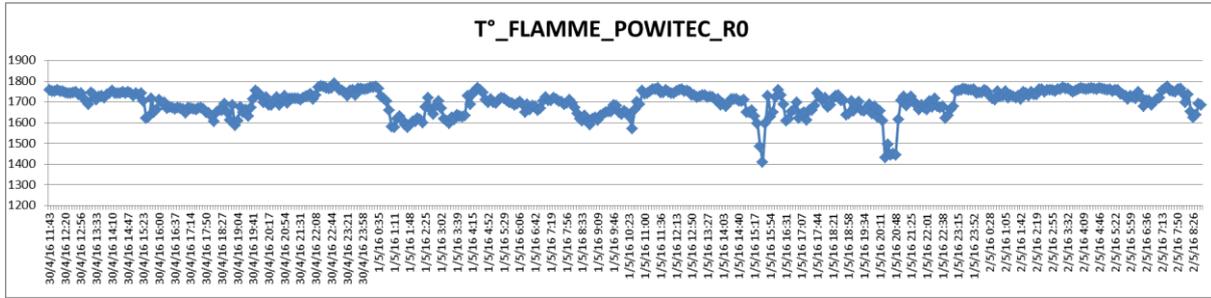


5.2. Données process

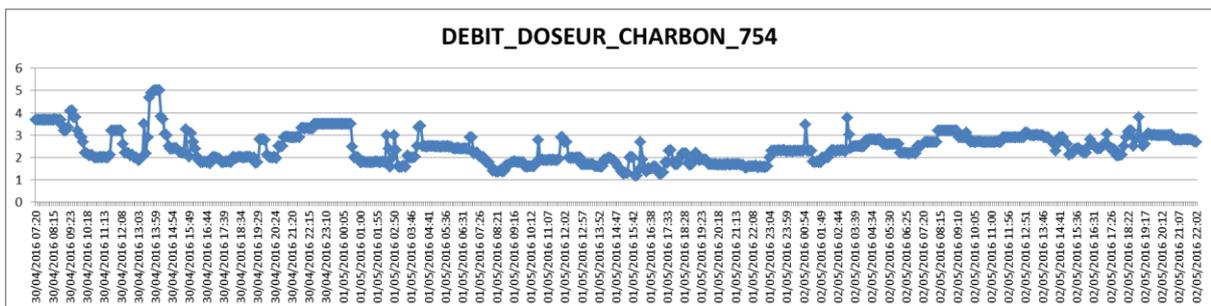
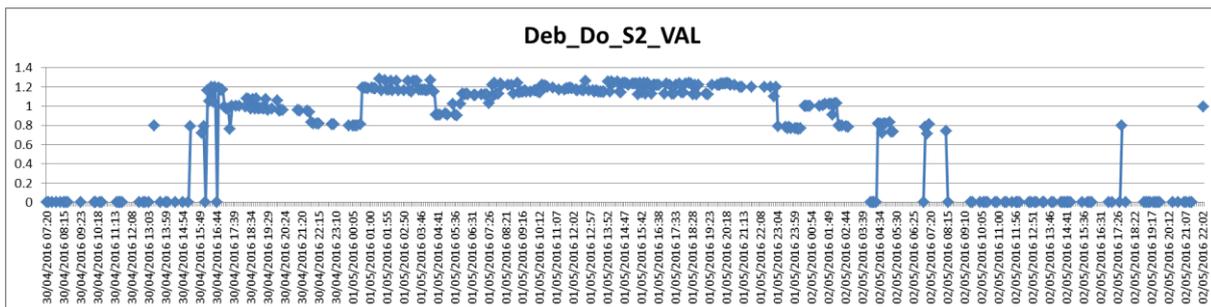
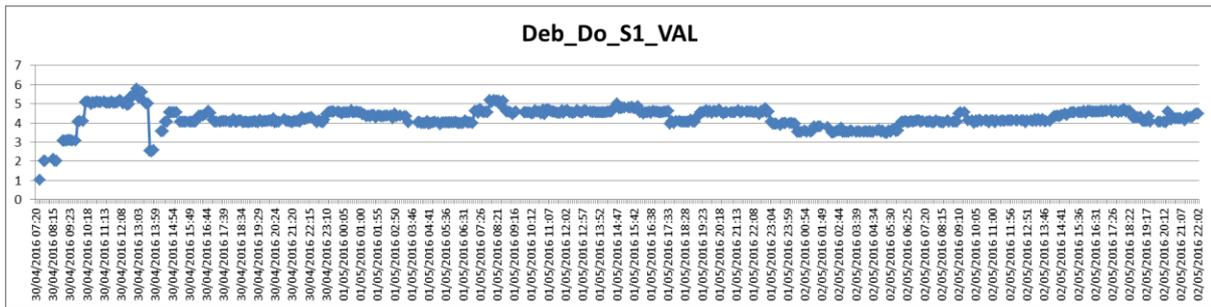


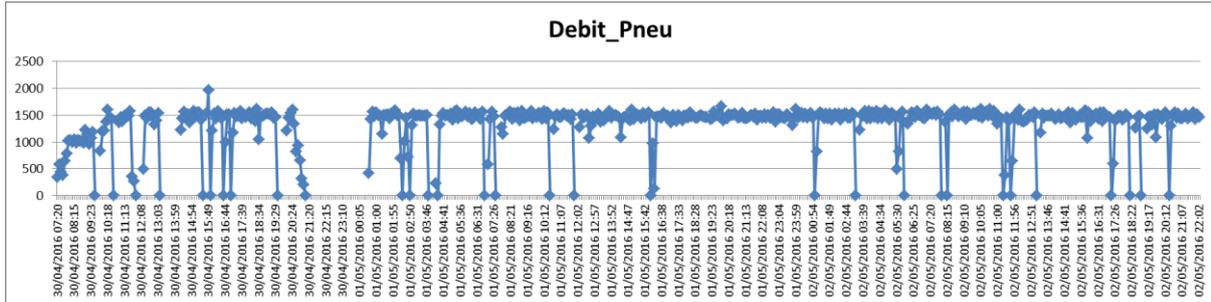
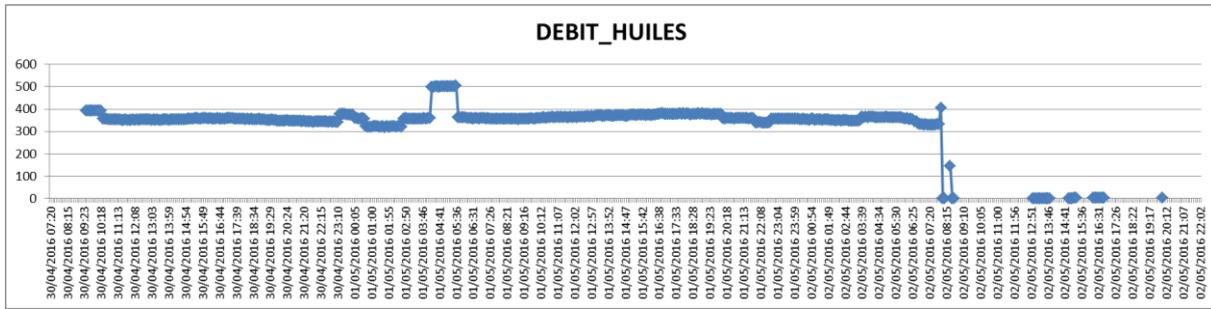






5.3. Données combustibles





1. Objectif de l'étude

Utilisation de l'atelier de broyage pilote de Chambéry pour produire plusieurs tonnes d'un ciment CEM I 52.5 à partir de clinker Recybéton fabriqué à l'usine de Créchy.

2. Essais de broyage de CEM I 52,5

Après réception, le clinker Recybéton a été concassé en 0-3 mm. L'analyse chimique du clinker utilisé est reportée ci-dessous.

	Clinker moyen des deux trémies
	Perle + Pastille 21/07/2016
SiO ₂	21,52
Al ₂ O ₃	5,41
CaO	64,37
MgO	1,46
Fe ₂ O ₃	3,57
TiO ₂	0,22
K ₂ O	0,98
Na ₂ O	0,28
P ₂ O ₅	0,22
Mn ₂ O ₃	0,14
SO ₃	0,88
SrO	0,07
Cl	0,006
Sulfure	Non mesuré
PAF 950°C	0,65
Total	99,78
CaO libre	1,71

Deux big-bags de gypse Sogyma ont été prélevés dans la « trémie Sogyma » de l'usine de Créchy et ensuite utilisés comme source de sulfate. Ce gypse a également été concassé en 0-3mm. En comparaison des dernières chimies faites par Créchy sur le Sogyma, le gypse reçu à une teneur en SO₃ faible avec plus de silice et de magnésie (voir tableau page suivante).



	Gypse Sogyma Trémie Chambéry	Gypse Sogyma grossier	Gypse Sogyma fin
		Prélèvement et analyse à Créchy	Prélèvement et analyse à Créchy
	Perle + Pastille 21/07/2016	29/06/2016	29/06/2016
SiO2	5,37	0,42	1,14
Al2O3	1,21	0,14	0,50
CaO	33,25	32,20	32,90
MgO	2,23	0,30	1,19
Fe2O3	0,55	0,08	0,33
TiO2	0,08		
K2O	0,26	0,05	0,18
Na2O	0,02	0	0
P2O5	0,03	0	0
Mn2O3	0,00		
SO3	40,68	48,50	47,40
SrO	0,37	0,03	0,025
Cl	0,000	0,016	0
PAF 950°C	14,97	18	18

Ces différences chimiques s'expliquent par une différence de minéralogie et en particulier par un rapport anhydrite sur gypse plus important sur le gypse reçu.

DESCECH	CALCI TE	DOLOM ITE	QUAR TZ	ILLI TE	CHLOR ITE	GYP S UM	HEMI- HYDRATE	ANHYDR ITE	SO3_X RD	Gypse calc	% Anhydrit e
SOGYMA GROSSIER 29/06/2016	0,64	0,81	0,23	0,3 8	0,31	86,06	0,70	10,89	46,80	86,89	11,0
SOGYMA FIN 29/06/2016	0,81	3,78	0,41	0,1 3	0,29	80,79	0,83	12,97	45,65	81,77	13,2

Analyses par DRX transmises par Créchy sur gypse Sogyma

	Calcite	Dolomite	Quartz	Kaolinite	Gypse	Hemi- hydrate	Anhydrite	Magnesite
%	0.41	4.77	2.59	1.7	62.9	3.9	22.3	0.93

Analyse par DRX du gypse Sogyma reçu à Chambéry

La formule reportée dans le tableau ci-dessous a été retenue pour préparer le ciment avec une cible en SO3 de 3.27 %.

Composition du ciment



Clinker Recybéton	94 %
Gypse Sogyma	6 %

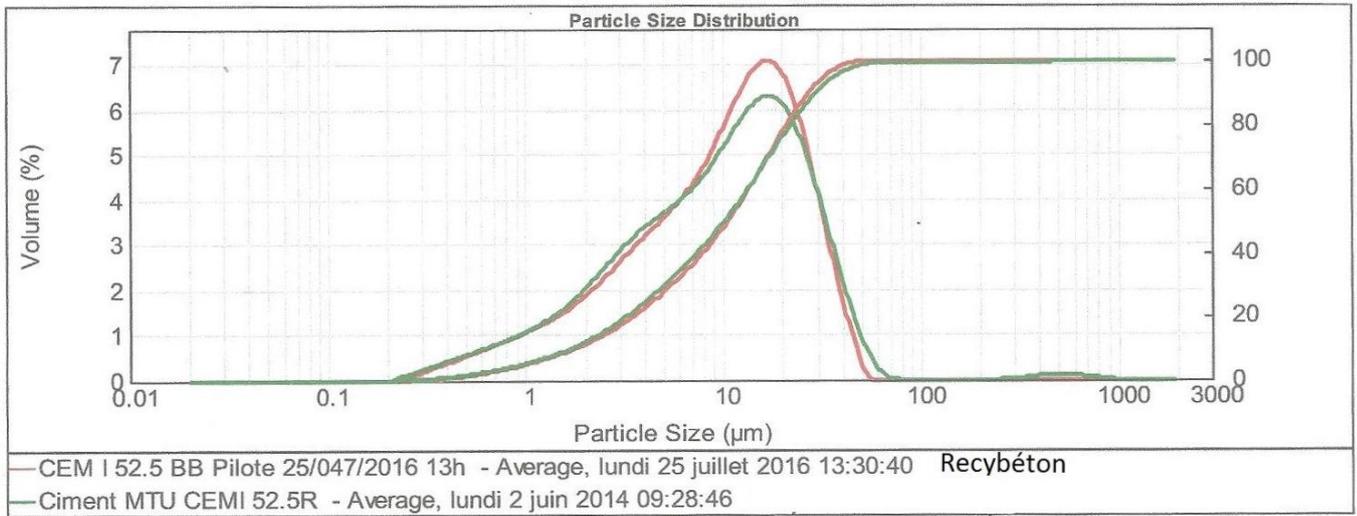
La campagne de broyage a débuté S.30. Le broyeur et les différents circuits ont été purgés pendant 8h suite à la campagne de broyage CEM I de Xeuilley.

Le broyeur a été réglé de manière à reproduire la courbe granulométrique du CEM I 52.5R de Montalieu avec un diamètre médian à 10.8 μm .

6.5 tonnes de ciments ont été prélevées S.30 avec les caractéristiques chimiques et granulométriques moyennes suivantes :

SiO ₂	20,45	Granulométrie	
Al ₂ O ₃	5,05	Refus à 40 μm - %	1,2
CaO	62,49	Refus à 80 μm - %	0,0
MgO	1,50	d(0,1) - μm	1,9
Fe ₂ O ₃	3,38	d(0,5) - μm	10,8
TiO ₂	0,21	d(0,9) - μm	26,5
K ₂ O	0,95		
Na ₂ O	0,33	Blaine cm^2/g - Mv = 3.14 g/cm^3	3992
P ₂ O ₅	0,22		
Mn ₂ O ₃	0,13		
SO ₃	3,35		
SrO	0,09		
Cl	0,01		
PF	1,62		

Les cibles chimiques et granulométriques visées ont été atteintes. Les profils des courbes granulométriques sont similaires au 52.5 R de Montalieu.



3. Résultats des essais physiques sur le CEM I 52,5 obtenu S.30

	Cible Créchy 52.5N	Ecart type	Cible Montalieu 52.5R	Ecart type	52.5 recybéton Chambéry S.30	Ecart type
Granulométrie laser - SOP Fraunhofer						
<i>d(0,10) en µm</i>	<i>n. c.</i>		<i>n. c.</i>		1,9	0,1
<i>d(0,50) en µm</i>	12,7	0,5	10,8	0,3	10,8	0,4
<i>d(0,90) en µm</i>	<i>n. c.</i>		<i>n. c.</i>		26,5	1,0
<i>Blaine en cm²/g</i>	4060	200	4630	180	3992	197
Temps de prise selon la norme EN 196 - 3						
<i>E/C</i>	0,304	0,005	0,304	0,006	0,349	0,008
<i>Début de prise (min)</i>	238	21	130	14	272	18
<i>Fin de prise (min)</i>	<i>n. c.</i>		<i>n. c.</i>		378	29
Résistances mécaniques selon la norme EN 196 - 1						
<i>Étalement (mm)</i>	<i>n. c.</i>		<i>n. c.</i>		159	5
<i>Flexion 1 jour</i>					3,9	0,2
<i>Flexion 2 jours</i>					5,3	
<i>Flexion 7 jours</i>					6,6	0,3
<i>Flexion 28 jours</i>						

<i>Flexion 91 jours</i>						
<i>Flexion 6 mois</i>						
<i>Compression 1 jour</i>	20	2,0	28	1,5	20,2	1,5
<i>Compression 2 jours</i>	34	1,6	41	1,8	34,6	
<i>Compression 7 jours</i>	51	1,6	53	2,1	51,9	1,1
<i>Compression 28 jours</i>	63	1,9	63	1,6		
<i>Compression 91 jours</i>	n. c.		n. c.			
<i>Compression 6 mois</i>						

Les valeurs des Rc obtenues sont comparables au 52.5N de Créchy. En revanche, la demande en eau est élevée ce qui a pour effet de rallonger le temps de début et de fin de prise.

Les courbes granulométriques sur le ciment produit ne montrent pas la présence de surfins qui auraient pu expliquer ce phénomène.

4. Essais de broyage CEM I 52.5 Sem. 31

Pour pouvoir utiliser ce ciment sur chantier avec une formulation béton classique, différentes actions ont été menées sem.31 afin de comprendre et si possible abaisser la valeur de la demande en eau :

- Augmentation de la cible du $d(0,5)$ à $12.5 \mu\text{m}$ afin de réduire la proportion d'éléments fins. L'agent de mouture utilisé sem.30 a également été coupé afin d'éliminer tout risque potentiel d'interaction de celui-ci sur la demande en eau.
1 tonne de ciment avec les caractéristiques suivantes a été fabriquée.

% SO3	3,56	
Granulométrie	Créchy	Ciment sem.30
Ciment Refus à $40\mu\text{m}$ - %	3,3	1,2
Refus à $80\mu\text{m}$ - %	0,0	0,0
$d(0,1)$ - μm	2,0	1,9
$d(0,5)$ - μm	12,7	10,8
$d(0,9)$ - μm	30,9	26,5
Blaine cm^2/g - Mv = $3.14 \text{ g}/\text{cm}^3$	3600	3992

	Cible Créchy 52.5N	Ecart type	52.5 recybéton Chambéry S.31 Médian à $12.5 \mu\text{m}$
Granulométrie laser - SOP Fraunhofer			

<i>d(0,10) en μm</i>	<i>n. c.</i>		2,0
<i>d(0,50) en μm</i>	12,7	0,5	12,7
<i>d(0,90) en μm</i>	<i>n. c.</i>		30,9
<i>Blaine en cm^2/g</i>	4060	200	3600
<i>Temps de prise selon la norme EN 196 - 3</i>			
<i>E/C</i>	0,304	0,005	0,34
<i>Début de prise (min)</i>	238	21	
<i>Fin de prise (min)</i>	<i>n. c.</i>		
<i>Résistances mécaniques selon la norme EN 196 - 1</i>			
<i>Etalement (mm)</i>	<i>n. c.</i>		171
<i>Compression 1 jour</i>	20	2,0	
<i>Compression 2 jours</i>	34	1,6	
<i>Compression 7 jours</i>	51	1,6	
<i>Compression 28 jours</i>	63	1,9	
<i>Compression 91 jours</i>	<i>n. c.</i>		

La baisse de la finesse avec un diamètre médian à 12.7 μm n'a pas permis d'abaisser la demande en eau significativement.

- Utilisation d'anhydrite de Lorraine en lieu et place du gypse Sogyma. 1 tonne de ciment a été fabriquée.

% SO3	3,49	
Granulométrie		<i>Ciment sem.30</i>
Ciment Refus à 40 μm - %	1,4	1,2
Refus à 80 μm - %	0,0	0,0
d(0,1) - μm	2,1	1,9
d(0,5) - μm	11,0	10,8
d(0,9) - μm	27,0	26,5
Blaine cm^2/g - Mv = 3.14 g/cm^3	3630	3992

	<i>Cible Créchy 52.5N</i>	<i>Ecart type</i>	<i>52.5 recybéton Chambéry S.31 Anh. Lorraine</i>
<i>Granulométrie laser - SOP Fraunhofer</i>			
<i>d(0,10) en μm</i>	<i>n. c.</i>		2,1
<i>d(0,50) en μm</i>	12,7	0,5	11,0
<i>d(0,90) en μm</i>	<i>n. c.</i>		27,0
<i>Blaine en cm^2/g</i>	4060	200	3630

<i>Temps de prise selon la norme EN 196 - 3</i>			
<i>E/C</i>	<i>0,304</i>	<i>0,005</i>	<i>0,36</i>
<i>Début de prise (min)</i>	<i>238</i>	<i>21</i>	
<i>Fin de prise (min)</i>	<i>n. c.</i>		
<i>Résistances mécaniques selon la norme EN 196 - 1</i>			
<i>Etalement (mm)</i>	<i>n. c.</i>		<i>140</i>
<i>Compression 1 jour</i>	<i>20</i>	<i>2,0</i>	
<i>Compression 2 jours</i>	<i>34</i>	<i>1,6</i>	
<i>Compression 7 jours</i>	<i>51</i>	<i>1,6</i>	
<i>Compression 28 jours</i>	<i>63</i>	<i>1,9</i>	
<i>Compression 91 jours</i>	<i>n. c.</i>		

L'utilisation de l'anhydrite de Lorraine a eu un impact négatif sur la demande en eau.

5. Conclusions partielles

A ce stade, tous les ciments produits ont une demande en eau élevée indépendamment de la finesse, du type de sulfate et de la présence ou non d'agent de mouture.

Ce phénomène de demande en eau élevée n'a jamais été constaté lors des précédentes campagnes de broyage d'OPC ou d'Alpenat avec le pilote de Chambéry (hormis sur la campagne CEM I et V Xeuilley mais le clinker utilisé avait un fort taux de chaux libre).

Pour poursuivre, il serait souhaitable de broyer du clinker de Créchy standard dans les mêmes conditions pour comparaison.

Chimiquement et minéralogiquement, le clinker Recybéton utilisé apparaît correct. Il serait intéressant de l'observer au microscope et étudier la taille de ces cristaux.

Examen minéralogique et chimique d'échantillons de clinker

Essais industriels Recybéton – usine de Créchy

Résumé – principales conclusions

Trois échantillons de clinker, fabriqués à l'usine de Créchy lors de la campagne d'essais « Recybéton » (mai 2016), sont étudiés du point de vue chimique, minéralogique, macro- et micro-textural. Ces essais ont eu pour but d'évaluer les impacts de l'utilisation de béton recyclé en tant que matière première dans la composition du cru.

Il n'a pas été constaté de différences, entre les deux échantillons prélevés lors de la campagne d'essais et le clinker (considéré comme témoin) collecté à la fin du mois précédent, qui puissent être la conséquence du changement de formulation du cru.

A. Introduction – objectifs de l'étude

Les essais « Recybéton », entrepris en mai 2016, ont eu pour but d'évaluer les impacts de l'utilisation de béton recyclé en tant que matière première dans la composition du cru de la cimenterie Vicat de Créchy (Allier).

L'objectif de la présente étude est l'examen chimique, minéralogique et textural de 3 échantillons de clinker prélevés lors de ces essais, et fabriqués (pour deux d'entre eux) à partir du cru modifié.

B. Description des échantillons étudiés

- Echantillon 1601000794. Clinker standard témoin prélevé le 25 avril 2016 (15h30), et cuit à partir

d'un cru formulé dans les conditions habituelles de l'usine.

- Echantillon 1601000795. Clinker standard Recybéton prélevé le 1^{er} mai 2016 (21h00).
- Echantillon 1601000796. Clinker standard Recybéton prélevé le 2 mai 2016 (13h00).

C. Techniques analytiques

Les observations microscopiques ont été menées sur sections polies de granules représentatifs de toutes les classes granulométriques des échantillons de clinker. Les sections sont fabriquées par enrobage à froid dans une résine epoxy biphasée. Le rodage et le pré-polissage sont réalisés sur disques abrasifs au carbure de silicium (P600 – $\approx 30 \mu\text{m}$ et P1200 – $\approx 15 \mu\text{m}$) ; la finition du polissage est effectuée sur feutres

nourris par des pâtes diamantées de granulométries s'étagant de 6 µm à 1 µm. Les observations microscopiques ont été réalisées en lumière réfléchie au moyen d'un microscope métallographique Nikon. La détermination de la composition chimique en éléments majeurs a été réalisée par spectrométrie de fluorescence X (spectromètre Bruker S4). Les analyses chimiques présentées combinent, pour chaque échantillon, des résultats acquis sur pastille de poudre pressée à 8 tonnes (alcalins, soufre, chlore) et des résultats acquis sur « perle » vitreuse fabriquée par fusion alcaline.

Les compositions minéralogiques ont été déterminées par diffractométrie des rayons X sur pastilles de poudre pressées à 5 tonnes. Le diffractomètre utilisé est un modèle Bruker D4 Endeavour (conditions analytiques : émission CuKα, 40 kV, 40 mA). La quantification a été réalisée par méthode de Rietveld via le logiciel Topas 5.0 (ex., Taylor et al 2000, Schmidt et Kern 2001, Le Saoût et al 2011).

D. Résultats

Dans cette partie, les caractéristiques majeures des deux échantillons produits lors des essais Recybéton sont comparées à celles du clinker témoin (prélevé le 25 avril 2016), sans référence à la production usuelle de l'usine de Créchy.

Observations macroscopiques et microscopiques

Le tableau 1 synthétise les observations macroscopiques et microscopiques réalisées sur les échantillons bruts et les sections polies de granules.

Le clinker témoin présente des aspects texturaux qui sont assez clairement le résultat d'une cuisson réalisée partiellement en conditions réductrices. On relève d'abord la présence de granules à cœurs clairs, à couronnes de teinte jaune. En outre, le C3A montre, dans les cœurs de granules, une granulométrie plus grossière que dans les périphéries ; sa proportion modale y est aussi plus élevée.

La cuisson des clinkers Recybéton s'est probablement aussi réalisée partiellement en

conditions réductrices (teneur modale en C3A élevée dans les cœurs de granules). En revanche, dans ces échantillons, les granules à cœurs jaunes sont plus rares et les couronnes jaunes absentes. Les cœurs de granules des clinkers Recybéton présentent par contre une résistance élevée au concassage et au sciage ; sur ces granules, la zonation est très nette entre les cœurs résistants et les périphéries à texture plus habituelle.

Echantillon	1601000794	1601000795	1601000796
Nature	Clinker témoin	Recybéton	Recybéton
Date prélèvement	25/04/16 - 15h30	01/05/16 - 21h00	02/05/16 - 13h00
Proportion de poussières (wt.%)	30%	40%	45%
Diamètre médian des granules (mm)	3	3	2
Homogénéité granulométrie clinker	hétérogène	très hétérogène	hétérogène
Cœurs de granules clairs (% granules affectés)	50%	20%	20%
Couronnes jaunes (% granules affectés)	30%	0	0
Taches jaunes ou claires (% granules affectés)	10%	10%	10%
Zonation des granules	importante	importante	importante
Porosité externe (% vol)	15%	15%	15%
Porosité interne (% vol)	15%	25%	10%
Amas de bélite (% vol)	10%	20%	15%
Amas de chaux libre (% vol)	3%	5%	10%
Dimensions C3S (cœurs granules, µm)	40	30	30
Dimensions C3S périphéries granules, µm)	40	35	35
Rapport C3A / C4AF (cœurs granules)	1/1	2/1	2/1
Rapport C3A / C4AF (périphéries granules)	1/2	1/2	1/2

Tableau 1 – Synthèse des observations macro- et microscopiques réalisées sur les trois échantillons de clinker étudiés.

De façon générale, les trois échantillons étudiés sont plutôt comparables du point de vue microscopique :

- amas de bélite en proportions modérées ;
- C3S présentant des dimensions médianes élevées, toujours supérieures à 30 µm et atteignant 40 µm dans le cas de l'échantillon témoin.
- Amas de chaux libre en proportions modérées ; le clinker 1601000796 fait exception sur ce point (proportion élevée : 10% modal).

Compositions chimiques

Le tableau 2 regroupe les compositions chimiques et minéralogiques déterminées sur les trois échantillons de clinker étudiés.

Echantillon	1601000794	1601000795	1601000796
Nature	Clinker témoin	Recybéton	Recybéton
Date prélèvement	25/04/16 - 15h30	01/05/16 - 21h00	02/05/16 - 13h00
SiO ₂	21,24	21,93	21,8
Al ₂ O ₃	5,37	5,13	5,31
Fe ₂ O ₃	3,54	3,54	3,37
CaO	65,42	64,97	65,64
MgO	1,48	1,41	1,41
SO ₃	0,79	0,83	0,73
K ₂ O	1,22	1,14	1,02
Na ₂ O	0,29	0,36	0,37
SrO	0,08	0,08	0,08
TiO ₂	0,21	0,22	0,22
P ₂ O ₅	0,21	0,33	0,24
MnO	0,14	0,12	0,12
Cl	0,007	0,007	0,002
TOTAL XRF	100,13	100,14	100,39
A/F	1,52	1,45	1,58
Std CaO	96,05	93,13	94,45
IS	2,38	2,53	2,51
Indice ES	27,27	25,96	26,97
DS	55,96	57,88	54,28
Phase liquide 1338°C (wt.%)	25,19	25,16	23,92
Phase liquide 1450°C (wt.%)	27,85	27,07	27,02
LOI 950°C	0,1	0,1	0,1
C3S_M1	25,7	22,4	26,4
C3S_M3	43,5	39,4	39,2
C2S_β	5,1	8,8	7,0
C2S_α'H	5,1	9,0	6,9
C3A_cubique	1,6	1,5	1,8
C3A_orthorhombique	5,1	4,6	5,4
C12A7	0,1	0,2	0,3
C4AF	11,3	11,8	10,7
Chaux libre	0,7	0,7	0,6
Portlandite	0,0	0,0	0,0
Periclase	0,8	0,7	0,6
Quartz	0,2	0,0	0,2
Arcanite	0,9	0,7	0,6
Aphthalite	0,2	0,4	0,3
Ca_langbeinite	0,0	0,0	0,0
Total_DRX	100,0	100,0	100,0
C3S_total	69,1	61,8	65,7
C3S_M1 / C3S_total	37,0	36,0	40,0
C2S_total	10,1	17,8	13,9
C3A_total	6,6	6,1	7,3
C3A_cub / C3A_total	24,0	24,0	25,0
Chaux libre (calcul d'après composition XRD)	0,7	0,7	0,6
Sulfates alcalins totaux	1,1	1,1	0,9

Tableau 2 – Compositions chimiques (partie supérieure) et compositions minéralogiques (partie inférieure) des échantillons de clinker étudiés. Les compositions chimiques sont exprimées en pourcentages pondéraux d'oxydes tandis que les compositions minéralogiques sont données en pourcentages pondéraux de phases et normalisées à 100% de phase cristallisée. IS, indice silicique ; DS, degré sulfatique ; LOI, loss on ignition.

Ces trois clinkers présentent des standards de chaux modérés (≤ 96) ; les échantillons prélevés lors des essais Recybéton montrent même des S.C. de valeur basse ($\leq 94,5$). Les indices siliciques sont également assez bas (2,4 à 2,5) ; les indices de réfractivité associés (2,2 à 2,4) sont ceux de clinkers dits faciles à cuire, mais dont la fabrication peut générer des concrétions (croustilles, boules,...). Pour les trois échantillons, les degrés sulfatiques (D.S.) sont comparables et faibles (54 à 58).

Compositions minéralogiques

A teneurs en chaux libre du même ordre, les trois clinkers étudiés ont des valeurs du rapport [C3S]/[C2S] contrastées et qui sont la conséquence directe des différences de standard de chaux : 6,8 pour le clinker témoin, 3,5 et 4,7 pour les échantillons 1601000795 et 1601000796, respectivement.

Les trois échantillons montrent par contre, du point de vue des autres paramètres minéralogiques clés, de grandes similitudes :

- l'alite est principalement composée du polymorphe M3 du C3S ;
- le C3A se trouve très majoritairement sous forme orthorhombique (conséquence à la fois des phases de cuisson en conditions réductrices et du contexte compositionnel – D.S. élevé) ;
- les teneurs en C2S α' H sont élevées (voisines de 7 wt.%) et comparables à celles du polymorphe β .

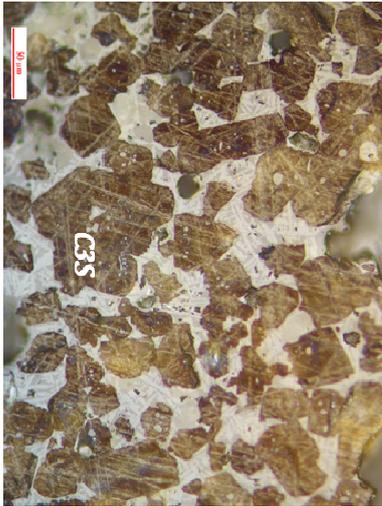
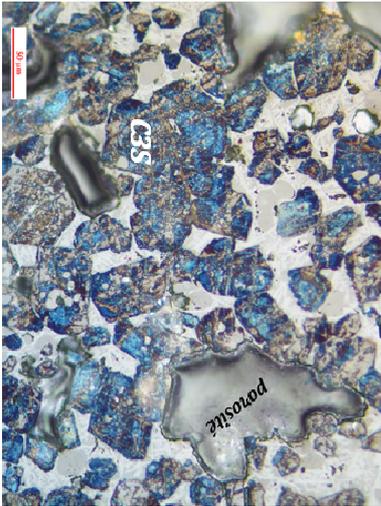
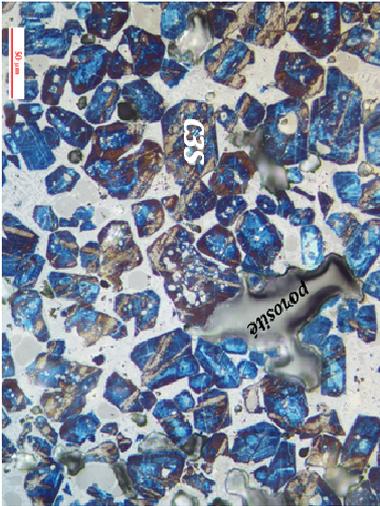
E. Références

- Le Saout, G., Kocaba, V., Scrivener, K. (2011). Application of the Rietveld method to the analysis of anhydrous cement. *Cement and Concrete Research*, 41: 133–148
- Schmidt, R., Kern, A. (2001). Quantitative XRD phase analysis. *World Cement*, 32: 35–42
- Taylor, J. C., Hinczak, I., Matulis, C. E. (2000). Rietveld Full-Profile Quantification of Portland Cement Clinker: The Importance of Including a Full Crystallography of the Major Phase Polymorphs. *Powder Diffraction*, 15, 7–18

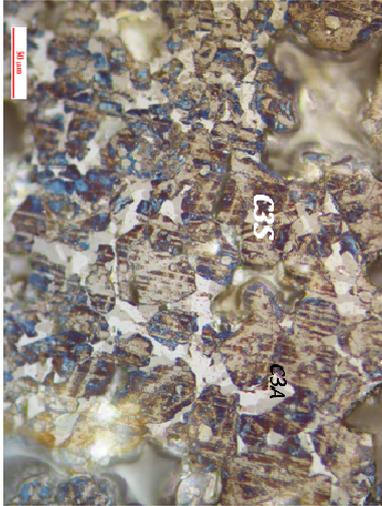
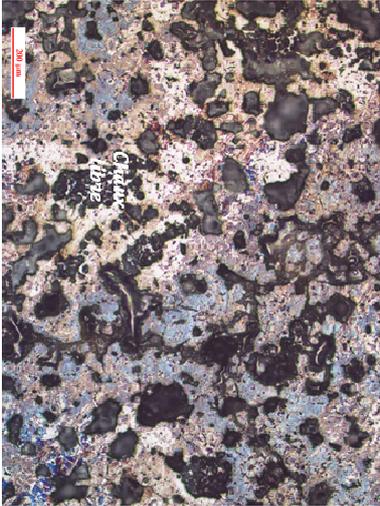
1601000796
2^{ème} mai 2016

1601000795
1^{er} mai 2016

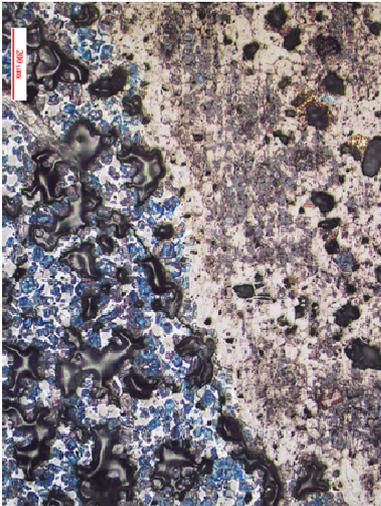
1601000794
Clinker témoin



Texture des parties périphériques de granules



Texture des cœurs de granules



Textures spécifiques



FICHE TECHNIQUE CIMENT

Ciment CR1 Recybéton

CIMENT

FTCR1.1724

Mise à jour : 03/01/2017

Page 1/1

Produit : **CEM I 52,5 N**

Usine : **Créchy (03)**

Caractéristiques physiques et mécaniques

	Masse Volumique (g/cm ³)	Finesse Blaine (cm ² /g) / Diamètre médian (µm)	Clarté L*	Demande en eau (%)	Temps de début de prise (min)	Expansion (mm)	Chaleur d'hydratation à 41h (J/g)	Résistance en compression (MPa)			
								1j	2j	7j	28j
Moyenne	3,14	3630/ 11	62,8	34,9	280	2,0	350	20	35	55	58
Ecart type	*	200 / 0,5	*	0,5	18	1,0	18	1,6	1,5	1,1	1,0
Limites	CE	*	*	*	≥ 40	≤ 10	*	*	≥ 18	*	≥ 50
	NF	*	*	*	≥ 60	≤ 10	*	*	≥ 18	*	≥ 50

Caractéristiques chimiques

(%)	Moyenne	Ecart type	Limites	
			CE	NF
Alcalins eq. actifs (Na ₂ O eq. actifs)	0,79	0,04	*	*
Perte au feu 950°C	1,62	*	≤ 5,0	≤ 5,0
SO ₃	3,35	*	≤ 4,5	≤ 4,5
Cl ⁻	0,01	*	≤ 0,10	≤ 0,10
S ²⁻	0,02	*	*	≤ 0,2
Résidu insoluble	0,32	*	≤ 5,0	≤ 5,0

Composition hors gypse et caractéristiques des constituants

Constituant	Teneur (%)	Caractéristiques (%)			
		C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF
Clinker	100				
		61,8	17,8	6,1	11,6
Calcaire	*	*	*	*	*
Laitier	*	*	*	*	*
Constituants Secondaires	*	*	*	*	*

Certificat CE et Marque NF-LH

Certificat CE

Marque NF-Liant Hydraulique

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

VICAT - DIRECTION QUALITE CIMENT - 4, RUE ARISTIDE BERGÈS - BP 137 - LES TROIS VALLONS
38081 L'ISLE D'ABEAU CEDEX TEL : +33 (0)4 74 18 41 00 - FAX - +33 (0)4 74 18 40 18