

THÈSE

présentée en vue
d'obtenir le grade de

DOCTEUR

en
Sciences pour l'ingénieur
Spécialité : Génie Civil
par

Fouad BELAYALI

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE
DÉLIVRÉ PAR L'IMT Nord Europe

Titre de la thèse :

**Valorisation des sédiments de dragage dans les asphaltes
d'étanchéité**

Soutenue le 10/12/2021 devant le jury d'examen :

Président	<i>Michèle T'Kint, Professeur, Université de Picardie</i>
Rapporteur	<i>Amor Ben-fraj , Chercheur HDR. Direction. Cerema</i>
Rapporteur	<i>Naima Belayachi, Maître de conférences, Université d'Orléans</i>
Examineur	<i>Walid Maherzi, Enseignant chercheur, IMT Nord Europe Douai</i>
Membre invité	<i>Mahfoud Benzerzour, Professeur, IMT Nord Europe Douai</i>
Directeur de thèse n°1	<i>Nor-Edine Abriak, Professeur, IMT Nord Europe Douai</i>
Directeur de thèse n°2	<i>Ali Zaoui Professeur, Université de Lille</i>

REMERCIEMENTS

Mes remerciements s'adressent à tous ceux et celles, qui de près ou de loin ont contribué à l'aboutissement de ce travail.

Je remercie profondément ma famille, ma chère épouse et mes deux garçons Djad et Iyad, mes parents, mon frère et mes sœurs et mes amis.

J'aimerais bien aussi adresser mes plus sincères remerciements à mes directeurs de thèse : Ali ZAOUI et Nor-Edine ABRIAK de m'avoir fait de confiance, on m'a porté dans le cadre de cette thèse doctorat et leurs encouragement, accompagnement et bienveillance.

Je tien à remercier également mes encadrants Mahfoud BENZERZOUR et Walid MAHERZI qui m'ont permis de développer mes travaux de recherche, pour leurs patiences et la qualité scientifique apporté.

Mes remerciements vont à tous les doctorants et les assistants de LGCgE et l'ensemble de l'équipe de IMT Nord Europe. Merci à tous les techniciens des pôles physique et chimie pur leurs formations, conseils, et qui j'ai pu entretenir des échanges très souvent fruitifs

J'adresse aussi mes sincères remerciements à la région haute de France et à l'ensemble des partenariats du projet Sédi asphalte, ainsi l'ensemble des membres de jury notamment Mme Michele Tkint ,Amor Ben-fraj et Naima Belayachi pour la pertinence de leurs critiques et remarque constructives .

Table des matières

Introduction.....	9
Chapitre I. Synthèse Bibliographique.....	13
I.1. Les sédiments de dragage	14
I.1.1. Définition et origine.....	14
I.1.2. Origine des sédiments	14
I.1.3. Composition générale des sédiments	15
I.1.4. Composition granulométrique	15
I.1.5. La minéralogie des sédiments	16
I.1.6. L'eau dans les sédiments.....	17
I.1.7. Les matières organiques (MO)	17
I.1.8. Problématique des sédiments de dragage.....	20
I.1.9. Les polluants dans les sédiments	23
I.1.10. Réglementation applicable au dragage et à l'immersion des sédiments.....	27
I.1.11. La réglementation européenne.....	28
I.1.12. Classification règlementaire des déchets.....	29
I.1.13. Détermination du caractère dangereux d'un sédiment.....	29
I.1.14. Étude INERIS-CEREMA.....	30
I.1.15. Le protocole HP	31
I.1.16. Détermination du caractère inerte d'un sédiment	33
I.1.17. Prétraitement et caractérisations des sédiments	34
I.1.18. Les traitements des sédiments pollués	37
I.1.19. Valorisation des sédiments	40
I.2. Asphalte d'étanchéité (coulé)	43
I.2.1. Historique et définition	43
I.2.2. Avantage de l'asphalte coulé	45
I.2.3. Les applications de l'asphalte coulé	47
I.2.4. Composition de l'asphalte coulé	51
I.2.5. Formulations des asphaltes coulé d'étanchéité.....	59
I.2.6. Conditionnement et stockage des matériaux	61
I.2.7. Fabrication de l'asphalte coulé.....	62
I.2.8. La température de malaxage	63
I.2.9. Le transport de l'asphalte coulé	63
I.3. Différents types de déchets utilisés dans les mélanges bitumineux.....	64
I.3.1. Cendres volantes	65

I.3.2.	Cendre d'écorce de riz.....	65
I.3.3.	Poudre de brique.....	66
I.3.4.	Poudre de verre.....	66
I.4.	Conclusion du chapitre I.....	67
Chapitre II.	Prétraitement et caractérisation des sédiments de dragage.....	68
II.1.	Caractérisations des sédiments.....	69
II.1.1.	Sites de prélèvement.....	69
II.1.2.	Techniques d'échantillonnage et de prélèvement des sédiments.....	70
II.1.3.	Caractérisation physique des sédiments.....	70
II.1.4.	Caractérisation minéralogique des sédiments.....	81
II.1.5.	Caractérisation morphologique des sédiments.....	89
II.1.6.	Caractéristique chimique et environnementale des sédiments.....	91
II.1.7.	Conclusion.....	93
Chapitre III.	Formulation de l'asphalte coulé d'étanchéité.....	94
III.1.	Introduction.....	95
III.2.	Méthodologie des plans d'expériences (DOE).....	95
III.2.1.	Avantages des plans d'expériences.....	96
III.2.2.	Définition du plan de mélange.....	96
III.2.3.	Construction du plan d'expérience.....	97
III.2.4.	Plan de mélange de l'étude.....	98
III.2.5.	Plan de mélange des asphaltes coulé d'étanchéité (AP1).....	100
III.3.	Matériaux et méthodes.....	100
III.3.1.	Matériaux.....	100
III.3.2.	Traitement des sédiments.....	101
III.3.3.	Caractérisation physico chimique des fillers.....	103
III.3.4.	Formulation des asphaltes coulé d'étanchéité.....	114
III.3.5.	Résistances à la déformation par indentation.....	116
III.4.	Conclusion.....	130
Chapitre IV.	Le comportement thermomécanique et chimique de l'asphalte coulé.....	132
IV.1.	Comportement thermomécanique.....	133
IV.1.1.	Introduction.....	133
IV.1.2.	Propriétés mécanique des asphaltes d'étanchéité.....	134
IV.1.3.	Comportement des matériaux asphaltes.....	135
IV.1.4.	Comportement viscoélastique linéaire de la matrice d'asphalte.....	136
IV.1.5.	Matériaux et équipements d'essai.....	139
IV.1.6.	Conclusion.....	147

IV.2. Comportement des asphaltes coulés au vieillissement chimique	148
IV.2.1. Introduction.....	148
IV.2.2. Matériaux et méthodes.....	148
IV.2.3. Résultats et discussion	151
IV.2.4. Conclusion	154
Conclusion général et perspectives.....	155

Liste des figures

Figure I.1.Sédiment de dragage[28].....	14
Figure I.2.Origines des sédiments marins et fluviaux[31]	15
Figure I.3. représentation imagée des différentes fraction constitutives du sol[33]	15
Figure I.4.Classification des sédiments dans le diagramme de Kiel-Rankine[37].....	16
Figure I.5. Les différentes catégories d'eau dans le sol [38].....	17
Figure I.6.Principale phases d'évolution de la matière organique [44]	19
Figure I.7.Modèle de l'acide fulviques	19
Figure I.8. Modèle de l'acide humique	20
Figure I.9. Evolution du volume de sédiments dragués en France 2006-2015	21
Figure I.10. Quantités de matières sèches draguées en 2015 dans les grands ports maritimes (en million de tonnes).[47].....	21
Figure I.11.Quantités de matières sèches draguées par département métropolitain en 2015 hors grands ports maritime de la problématique des métropole.[47]	22
Figure I.12.Dragage aspiratrice des sédiments[49].....	23
Figure I.13.Dragage mécanique des sédiments[49]	23
Figure I.14 Model HAP Anthracène.[1].....	24
Figure I.15.Model PCB Tétrachlorobiphényl[1].	25
Figure I.16.Model TBT Tributylétain.[1]	25
Figure I.17. Présentation réglementaire sur la gestion des sédiments[56]	27
Figure I.18.Caractérisation des sédiments pour une gestion à terre.	29
Figure I.19.Protocole HP14 sédiments.	32
Figure I.20.exemple des bassin de séchage[93]	34
Figure I.21 Géo-tube. [95]	35
Figure I.22. Système de fonctionnement des Géo-tube[96]	35
Figure I.23.fonctionnement de la déshydratation par filtrage	36
Figure I.24.Vue de l'intérieur d'une Presse à Vis HUBER Q-PRESS [98]	36
Figure I.25.Principe de fonctionnement la déshydratation centrifuge[99]	37
Figure I.26Utilisation des granulats en France 2018 [55]	40
Figure I.27.Besoins de granulats en France [63]	40
Figure I.28.Mise en œuvre de la route du Freycinet 12 à base de sédiments de dragage du GPMD[64].....	41
Figure I.29.Briques 22x22 cm produites avec un taux de substitution de 15 % de sédiment fluvial traité[65]	41
Figure I.30.Blocs de béton à base de sédiment([56].....	42
Figure I.31.Présentation du produit confectionné à l'extrudeuse[7].....	42
Figure I.32. Production de Mastic d'asphalte en Europe[70]	44
Figure I.33.Domain d'application du mastic d'asphalte[70]	45
Figure I.34.Asphalte coulé dans le tablier du pont[71]	47
Figure I.35.revêtement sol industrielle	48
Figure I.36.Chausser avec l'asphalte coulé[70]	48
Figure I.37.Toiture parking et ouvrages d'art [72]	49
Figure I.38.Asphalte coulé pour Bassin	50
Figure I.39.Réparations à l'asphalte coulé [73].....	50
Figure I.40.pistes cyclables à l'asphalte coulé [74].....	51
Figure I.41.Terminologie des liants bitumineux [75].....	51
Figure I.42.Classification de l'asphalte naturel[76].....	52
Figure I.43.Schéma de principe du processus de distillation[79].....	53
Figure I.44.Shéma fractions de bitume[82].....	54
Figure I.45.Représentation schématique des deux types de structures de bitumes[82]	55
Figure I.46.Essai de pénétrabilité à l'aiguille [80]	56
Figure I.47. Appareil Bille et anneau [80].....	57
Figure I.48. L'essai du point de rupture Fraass[80]	58
Figure I.49.Schéma de l'essai de vieillissement (RTFOT)[82].....	58

Figure I.50.Viscosimètre rotatif[80]	59
Figure I.51 (à droite) Silo filler de calcaire (à gauche) citerne de bitume chauffée (Nord Asphalte)	61
Figure I.52.fabrication en pétrin discontinue [91]	62
Figure I.53.LA fabrication continue en malaxeur rapide [92]	63
Figure I.54 (à droite) malaxeurs à axe vertical (à gauche) Malaxeurs à axe horizontal	64
Figure II.1 site de prélèvements	69
Figure II.2 Protocole d'échantillonnages par la méthode de quartage	70
Figure II.3.Pycnomètre à hélium	72
Figure II.4 Type d'interactions entre le faisceau laser et la particule	75
Figure II.5 Granulométrie à diffraction laser	76
Figure II.6 Analyse granulométrie des sédiments bruts	76
Figure II.7 Analyse granulométrie des sédiments broyés	77
Figure II.0.8 Classification granulométrique de nos sédiments	79
Figure II.9 Essai VBs	80
Figure II.10 Argilosité des sédiments	80
Figure II. 11 Schéma et montage de Calcimètre de Bernard	81
Figure II.12 Teneur en carbonate CaCO ₃ des sédiments	82
Figure II.13 Concentrations d'oxydes des sédiments	83
Figure II. 14 DRX des sédiments	85
Figure II.15 Appareil Thermogravimétrie	86
Figure II.16 ATG de sédiment ASL	86
Figure II.17 ATG de sédiment NSL	87
Figure II.18 ATG de sédiment MEL	87
Figure II.19 ATG de sédiment ARS	88
Figure II. 20 ATG de sédiment CAPSO	88
Figure II.21 ATG de sédiment GPMD	89
Figure II.22 MEB de table JEOL	90
Figure II.23Observation MEB des sédiments	90
Figure II.24 Mode de gestion des sédiments en fonction de leurs classifications environnementales [59]	91
Figure III.1 Environnement du système	95
Figure III.2 Intervalle de variation de substitution des sédiments par rapport au filler	98
Figure III.3 Domain et point expérimentaux du plan de mélange au sein du domaine d'étude	99
Figure III.4 A droit : Four Nabertherm, A gauche Broyeur a Fluo Sk300 Resch	102
Figure III.5 A: (MEL) B:(NSL), C :(ARS), D(ASL), E:(Filler calcaire), F : (sable roulé 0/2mm)	102
Figure III.6 A gauche : MELC, A droite : NSLC	102
Figure III.7 la teneur en matière organique des filles	103
Figure III.8 Teneur de la matière organique par flottement	104
Figure III.9 (à gauche) Solution eau déminéralisé et fillers (à droite) Essai de PH	104
Figure III.10 PH des Fillers	105
Figure III.11 Corrélation PH & Matière organique	105
Figure III.12 Distribution granulométrique du fillers	106
Figure III.13 Appareil de Rigden (à gauche) Concept de l'asphalte fixe et l'asphalte libre (à droite)	109
Figure III.14 Résultats d'analyse « vides inter granulaire des fillers » (RV)	110
Figure III.15 Corrélation matière organique & Rigden Voids (RV)	111
Figure III.16 Corrélation Masse volumique & Rigden Voids (RV)	111
Figure III.17 Essai d'absorption filler - bitume	112
Figure III.18 Rapport filler/bitume (max)	113
Figure III.19 Corrélation f/b(max) & matière organique	113
Figure III.20 Formulation des éprouvettes de l'asphalte coulé d'étanchéité pour essai d'indentation	115
Figure III.21 Indentation de l'asphalte coulé à base de sédiments bruts	118
Figure III.22 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASL	119

Figure III.23 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ARS.....	119
Figure III.24 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MEL.....	119
Figure III.25 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSL.....	120
Figure III.26 Comparaison résultats indentation des sédiments calciné et traité à la chaux.....	121
Figure III.27 Indentation de l'asphalte coulé à base de sédiments traité à la chaux.....	121
Figure III.28 Taux de croissance des indentations pour asphaltes à base des sédiments traités.....	122
Figure III.29 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MELC (550C°).....	122
Figure III.30 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSLC (550C°).....	123
Figure III.31 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASLT (3%CaO).....	123
Figure III.32 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ARST (3% CaO).....	123
Figure III.33 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MELT (3% CaO).....	124
Figure III.34 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSLT(3%CaO).....	124
Figure III.35 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MELC (550C°).....	124
Figure III.36 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSLC (550C°).....	125
Figure III.37 Résultats indentation avec différente grade de bitume.....	126
Figure III.38 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASLB.....	126
Figure III.39 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASLTB.....	126
Figure III.40 Corrélation indentation & Rigden Voids.....	127
Figure III.41 Corrélation indentation matière organique.....	128
Figure III.42 Formulation de validation du modèle de prédiction de la résistance à la déformation par indentation.....	129
Figure IV.1 Sollicitation en traction et en compression des enrobés lors du passage des véhicules.....	133
Figure IV.2 Application de l'asphalte coulé dans les ponts.....	133
Figure IV.3 Schématisation des effets induits par le trafic [124].....	134
Figure IV.4 Schématisation des effets induits par le climat[124].....	135
Figure IV.5 Comportement « type » des enrobés bitumineux à température fixée, (ϵ) déformation et (N) nombre de cycles de chargement [124].....	136
Figure IV.6 Représentation du module complexe.....	136
Figure IV.7 traction-compression alternée sur un enrobé [127].....	137
Figure IV.8 Dynamique Mécanique Analysent représentation [128]......	138
Figure IV.9 Moule cylindrique pour asphalte coulé.....	139
Figure IV.10 Equipement Metravib utilisé pour les essais sur mortier d'asphalte [125].....	140
Figure IV.11 Appareil DMA-module (compression-traction).....	140
Figure IV.12 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 25C° et 30C° des fillers sédiment brute.....	142
Figure IV.13 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 35C° et 40C° des fillers sédiment brute.....	142
Figure IV.14 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 25C° et 30C° des fillers sédiment traité à la chaux.....	143
Figure IV.15 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 35C° et 40C° des fillers sédiment traité à la chaux.....	143
Figure IV.16 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment ASL (à gauche) ARS (à droite).....	144

Figure IV.17 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment MEL (à gauche) NSL (à droite).....	144
Figure IV.18 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment NSLC (à gauche) MELC (à droite).....	145
Figure IV.19 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment groupe MEL et NSL	145
Figure IV.20 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase à 25C° et 30C° des fillers ASL-ASLT avec le bitume 35/50 et 50/70(B)	146
Figure IV.21 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase à 35C° et 40C° des fillers ASL-ASLT avec le bitume 35/50 et 50/70(B)	147
Figure IV.22 Analyse granulométrie des granulats	149
Figure IV.23 Analyse granulométrie laser des fillers	149
Figure IV.24 Morphologie des asphaltes immergés dans différente solutions.....	151
Figure IV.25 Echantillons s d'asphalte immergé dans les différentes solutions	151
Figure IV.26 Indentation d'asphalte type (AP1)	153
Figure IV.27 Indentation de l'asphalte coulé à droite (AG1) à gauche (AS1).....	153

Liste des tableaux

Tableau I-1 Classification granulométrique des sols selon le guide GTR.....	16
Tableau I-2.gamme de concentration élémentaire des substances humique[43]	18
Tableau I-3.Teneur des groupes chimiques dans les substances humiques (m mol/g)[43].....	19
Tableau I-4. Volume des sédiments dragués (ports et canaux) pour différents pays [48]	22
Tableau I-5.Origine des micropolluants dans les sédiments[55]	26
Tableau I-6.Source de pollutions par les métaux lourds[1]	26
Tableau I-7.Propriétés de dangers HP1 à HP15 – Détermination du caractère dangereux d'un déchet.	30
Tableau I-8.Seuils de dangerosité de l'étude INERIS-CEREMA.	30
Tableau I-9.Seuils de dangerosité de l'étude INERIS-CEREMA pour les HAP.	31
Tableau I-10 Rappel des valeurs seuils de l'arrêté du 9 aout 2006. [60]	32
Tableau I-11 Seuil du caractère inerte d'un sédiment	33
Tableau I-12 Traitement biologique des sédiments pollués [54].....	38
Tableau I-13.Les différentes techniques d'extraction des contaminants[101].....	38
Tableau I-14.les techniques d'Inerte[101].....	39
Tableau I-15 Essai recommandé pour filler d'asphalte	60
Tableau I-16.Température maximales de stockage des liants	61
Tableau I-17.tepérature maximales de malaxage des asphaltes coulé	63
Tableau I-1 teneurs en eau des sédiments bruts.....	72
Tableau II-2 la masse volumique absolue des sédiments.....	73
Tableau II-3.teneur en matière organique et perte au feu des sédiments	74
Tableau II-4 Classification des sols en fonction de leur teneur en matière organique selon GTR	74
Tableau II-5 Récapitulatif des caractéristiques granulométrique des sédiments brute	78
Tableau II-6 Récapitulatif des caractéristiques granulométrique des sédiments broyés	78
Tableau II-7 Détermination de la catégorie de sol selon la valeur VBS.	80
Tableau II-8 Classification des matériaux en fonction du pourcentage massique en carbonate	82
Tableau II-9 Fluorescence par rayons X des sédiments	83
Tableau II-10 Concentrations Oxydes des sédiments	83
Tableau II-11 Carbone minérale des sédiments	89
Tableau II-12 Résultats d'analyses chimiques des sédiments seuils INERIS-CEREMA / IDSI.	92
Tableau III-1 Limite facteurs du plan de mélange	99
Tableau III-2 Composition des points du domaine expérimental	100
Tableau III-3 propriétés des bitumes utilisés	100
Tableau III-4 Masse volumique absolue des fillers sédiment et calcaire	106

Tableau III-5 Résultats des analyses BET sur les fillers sédiment	107
Tableau III-6 surface spécifique de Blaine des fillers sédiments	108
Tableau III-7 Catégories de porosité d'un filler sec compacté	110
Tableau III-8 Résultat des vides inters granulaire (RV)	110
Tableau III-9 Résultat de l'essai d'absorption	113
Tableau III-10 Condition d'essai d'indentation	115
Tableau III-11. Formulations proposés par le plan de mélange, incorporant les sédiments	116
Tableau III-12 Résultats pour les modèles de régression complète	117
Tableau III-13 Résultats indentation de l'asphalte coulé	118
Tableau III-14 Résultat d'indentation de l'asphalte coulé sans sédiments	118
Tableau III-15. Pourcentage d'augmentation de l'indentation	121
Tableau III-16 Coefficient du modèle quadratique généralisée pour la prédiction de la résistance à l'indentation des différentes formulations	129
Tableau III-17 Résumé de l'indentation pour la validation du modèle quadratique	130
Tableau IV-1 Caractéristique de bitume	149
Tableau IV-2 Préparation de solution	150
Tableau IV-3 Formulation des asphaltes coulé	150
Tableau IV-4 Plage d'indentation de l'asphalte coulé	151
Tableau IV-5 résultat indentation	152

Introduction

La réutilisation et le recyclage des déchets et sous-produits industriels sont aujourd'hui des priorités majeures dans une perspective de préservation des ressources naturelles. Ceci s'inscrit dans une démarche de développement durable et d'économie circulaire. De ce fait, il est primordial de trouver des solutions alternatives, dites écoresponsables, notamment par la valorisation de matériaux fins tels que les sédiments de dragage dans des filières viables telles que les filières du génie civil, où annuellement 400 millions de tonnes de matériaux granulaires sont consommées en France.

La croissance démographique mondiale conduit théoriquement à la croissance de l'activité commerciale mondiale par les voies maritimes principalement, ainsi que les canaux fluviaux. Ce développement rapide de l'économie mondiale provoque des problèmes technologiques et environnementaux. L'envasement et à l'ensablement des ports et des canaux est le majeur problème qui empêche la navigation et crée des perturbations de l'équilibre physico-chimique du milieu aquatique. Pour maintenir un tirant d'eau minimal le curage des sédiments est une opération indispensable pour la gestion de ces cours d'eau. Ces dernières années et avec l'évolution de la réglementation relative à la gestion des sédiments de dragage, le stockage à terre de ces immenses quantités coûte très chère aux gestionnaires des ports et voies navigables. De plus cette gestion à terre engendre un risque de contamination du milieu avoisinant.

Le territoire français compte plus de 525 000 Km de cours d'eau, avec en moyenne 6 Mm³ de sédiments dragués, dont une partie non négligeable pourrait être contaminées par des métaux lourds et/ou de contaminants organiques, ce qui peut limiter leurs utilisations [1][2]. Face à cette problématique, la gestion de ces sédiments peut participer à alimenter le marché en matières premières secondaires (matériaux alternatifs). En effet, plusieurs travaux de recherche ont été initiés afin d'étudier les possibilités de valorisation de ces sédiments comme matières premières secondaires dans différentes filières du domaine de la construction (béton, sous-couches routières, aménagements paysagers, briques, etc.). Plusieurs de ces travaux sont inscrits dans la démarche nationale SEDIMATERIAUX [3][4][5] [6] [7].

Les quantités d'asphaltes d'étanchéité utilisées chaque année en France représentent environ 200 000 tonnes. La composition type d'un asphalte d'étanchéité contient du sable et des fillers calcaires qui représentent la majeure partie de cette composition ($\pm 65\%$). La valorisation des sédiments de dragage comme substituant du sable et/ou des fillers calcaires peut s'avérer comme solution très intéressante d'un point de vue économique et environnemental.

Dans la littérature, les termes « béton bitumineux » ou « béton à matrice organique » ou « béton à matrice hydrocarbonée » sont souvent utilisés en fonction du type de vulgarisation souhaitée (scientifique, technique ou public). Dans ce projet, le terme « asphalte d'étanchéité » sera utilisé dans l'ensemble du document.

La société NORD ASPHALTE, est une entreprise de fabrication, de transport et commercialisation d'asphalte d'étanchéité, située dans la métropole lilloise opérant dans le secteur des travaux publics et du bâtiment. NORD ASPHALTE souhaite développer un nouvel axe de valorisation de coproduits industriels pour la fabrication des asphaltes d'étanchéités. L'objectif est l'introduction des sédiments de dragage dans la formulation de différents produits d'asphalte d'étanchéité, tel que:

- les asphaltes d'étanchéité pour le bâtiment,
- les asphaltes de revêtement de circulation pour piéton- (trottoir),
- les asphaltes pour caniveaux,
- les asphaltes de parking silo,
- les asphaltes pour les sols industriels et parvis,
- les mastics d'enrochement maritimes et fluviaux.

A cet effet, l'entreprise NORD ASPHALTE s'est rapprochée de l'IMT Lille Douai pour son expertise dans le domaine de la valorisation des sédiments afin d'étudier les possibilités techniques et scientifiques de cette nouvelle filière potentielle de valorisation.

Objectif global du projet

L'objectif global du présent projet de recherche est d'étudier la faisabilité technico-économique de la valorisation des sédiments de dragage en tant que substitut aux sables et/ou au fillers pour la fabrication d'asphalte d'étanchéité. Cette étude permettra d'asseoir les bases techniques, scientifiques et économiques pour le développement d'une nouvelle filière industrielle de valorisation des sédiments de dragage permettant de créer une boucle d'économie circulaire.

A terme, ce travail permettra de créer, de nouveaux produits (asphaltes d'étanchéités) à base de sédiments, ce qui contribuera à dynamiser et à améliorer la compétitivité de ce secteur ainsi que le développement des entreprises régionales et nationales. Ceci contribuera également à la création de nouvelles opportunités d'emploi tout en préservant notre environnement.

D'un point de vue scientifique, la démarche proposée est une première mondiale par la nature des applications cibles (asphalte d'étanchéité).

Pour atteindre ces objectifs, nous nous focaliserons sur 4 sédiments représentatifs, usuellement rencontrés en région des Hauts de France. Ce nombre de 4 sédiments permettra de balayer une gamme suffisamment large en termes d'origine, de teneur en matière organique et de pollution (Sédiments fluviaux inertes non dangereux, Sédiments fluviaux non inertes, non dangereux, Sédiments très organiques).

Afin de mener à bien les travaux de cette thèse, une démarche scientifique a été mise en place. La structure est articulée principalement autour de 4 chapitres et une conclusion générale :

- **Introduction** : l'introduction traite la mise en contexte général de la thèse ainsi l'objectif et la démarche globale du projet de la thèse
- **Chapitre 1** : Une synthèse bibliographique permettra d'établir un bilan détaillé de l'état de l'art de la problématique de gestion des sédiments de dragage et les réglementations. On présentera aussi un aperçu sur le devenir de ces sédiments et les voies de leurs valorisations, notamment celles développées dans le secteur de génie civil. Une recherche bibliographie a également été réalisée sur les liants bitumineux et les asphaltes coulés d'étanchéité.
- **Chapitre 2** : Ce chapitre a été consacré à l'identification du sous-produit « sédiment de dragage ». Une caractérisation des matériaux utilisés a été effectuée à travers une batterie d'essais physico-chimiques (granulométrie, matières organiques, minéralogie et morphologie) et environnementales. Cette étape est primordiale afin de mieux comprendre le comportement de ces déchets et optimiser leurs caractéristiques avant leurs utilisations en tant que matières premières secondaires.
- **Chapitre 3** : Le chapitre a été consacré à l'étude des formulations d'asphaltes coulés à base de sédiments, en se basant sur les plans d'expérience en utilisant le logiciel « Expert Design 10 ». Egalement, dans ce chapitre, une étude de l'impact des différents paramètres qui caractérisent le comportement des asphaltes a été présentée. Ceci a été illustré à travers une étude de corrélation entre les différents paramètres.
- **Chapitre 4** : Ce chapitre a été dédié à la présentation du comportement de l'asphalte coulé dans des conditions particulières des matériaux bitumineux (comportement thermomécanique et attaques chimiques).

Chapitre I. Synthèse Bibliographique

I.1. Les sédiments de dragage

I.1.1. Définition et origine

Le dictionnaire de géologie [26] définit les sédiments comme étant « un ensemble constitué par la réunion des particules plus ou moins grosses ou de matières précipitées ayant séparément subi un certain transport » (Figure I.1). Ces particules généralement issues de l'activité humaine qui provient d'une part de l'activité industrielle et urbaine, et d'autre part par le phénomène d'usure/érosion des terres végétales ou rocheux par des actions de fragmentation ou chimique [27]. Selon la directive cadre sur les déchets 2008/98/CE du 19 novembre 2008, les sédiments sont considérés comme des déchets une fois sortis de l'eau et stockés à terre. Les particules des sédiments finissent par se déposer dans les fonds des rivières et des fonds marins. La minéralogie des sédiments est souvent de nature silico argilo calcaire avec des teneurs variables en matières organiques ainsi qu'une teneur en eau très importante.



Figure I.1 Sédiment de dragage [28]

I.1.2. Origine des sédiments

Les sédiments de dragage peuvent être de nature différente. De par leur morphologie et leur origine on distingue : les sédiments d'origine endogène ou exogène [29]. Les sédiments d'origine endogène sont majoritairement des résidus végétaux (macrophytes) ou débris d'animaux (cadavre). Les sédiments d'origine exogène sont liés aux apports externes transportés par la précipitation des poussières atmosphériques et les écoulements des fluides par ruissèlement vers les rivières et les plans d'eau. Les sédiments d'origine exogènes peuvent également être naturel (érosion des sols et la décomposition de la matière végétales) (Figure I.2) ou anthropique (matières organiques, matières en suspension) qui proviennent de ruissellement domestiques et agricoles ainsi que les dégagement industrielles [30].

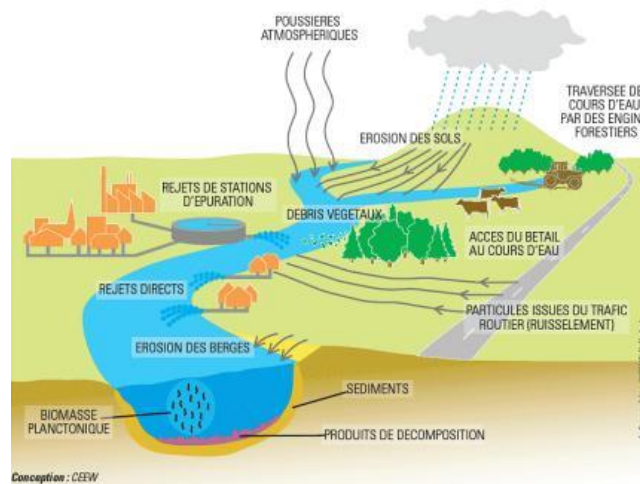


Figure I.2. Origines des sédiments marins et fluviaux [31]

I.1.3. Composition générale des sédiments

Selon [32], le matériau sédiment est un matériau non homogène où on trouve plusieurs composants de différentes natures (Figure I.3), et sont principalement caractérisés par leurs :

- Granulométrie
- Minéralogie
- Teneur en eau
- Teneur de la matière organique et polluante

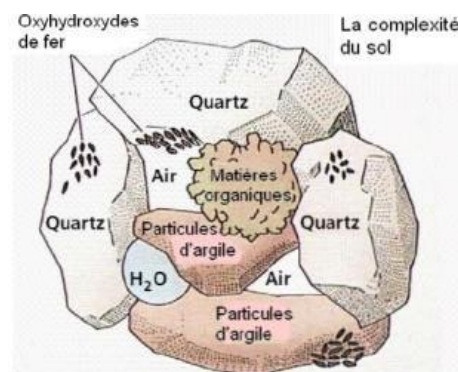


Figure I.3. représentation imagée des différentes fraction constitutives du sol [33]

I.1.4. Composition granulométrique

La distribution granulométrique permet de classer les sédiments selon la taille des particules solides qui jouent un rôle important dans les interactions (absorption, adsorption et échange cationique) des contaminants [34]. Le Tableau I-1 détail le classement granulométrique des sédiments selon le guide des terrassements et de réalisation des remblais (GTR, 1992) [32]. D'après les travaux réalisés sur les sédiments de dragage du Nord de la France (Grand Port Maritime de Dunkerque, Voies

Navigables de France et Ports Normands et Bretons), il s'avère que les sédiments ont un caractère fin $<300\mu\text{m}$ [3] [35].

Tableau I-1 Classification granulométrique des sols selon le guide GTR

Taille	Dénomination
$>200\text{ mm}$	Enrochements
20mm à 200mm	Cailloux
2mm à 20mm	Gravier
$63\mu\text{m}$ à 2mm	Sable
$2\mu\text{m}$ à $63\mu\text{m}$	Limon
0 à $2\mu\text{m}$	Argiles

I.1.5. La minéralogie des sédiments

La Figure I.4 montre le diagramme ternaire des sols fins qui détaille les caractéristiques des sols selon leur composition minéralogique. Généralement, les sédiments renferment une fraction argileuse qui représente la fraction inférieure à $2\mu\text{m}$ et qui peut être composée principalement de montmorillonite, illite, albite smectite et kaolinite. On trouve également la fraction organique qui est généralement composée de débris végétaux, des micro-organismes, acides fulviques, acides humiques et des humines. Enfin, une fraction minérale tel que le quartz (SiO_2), feldspaths et la calcite (CaCO_3). Les sédiments très fins ($<45\mu\text{m}$) ont une propriété d'adsorption plus élevée. En effet, plusieurs études ont montré que plus de 70% des contaminants sont fixés sur la fraction fine tandis qu'on ne trouve une concentration très faible dans les fractions grossières [36].

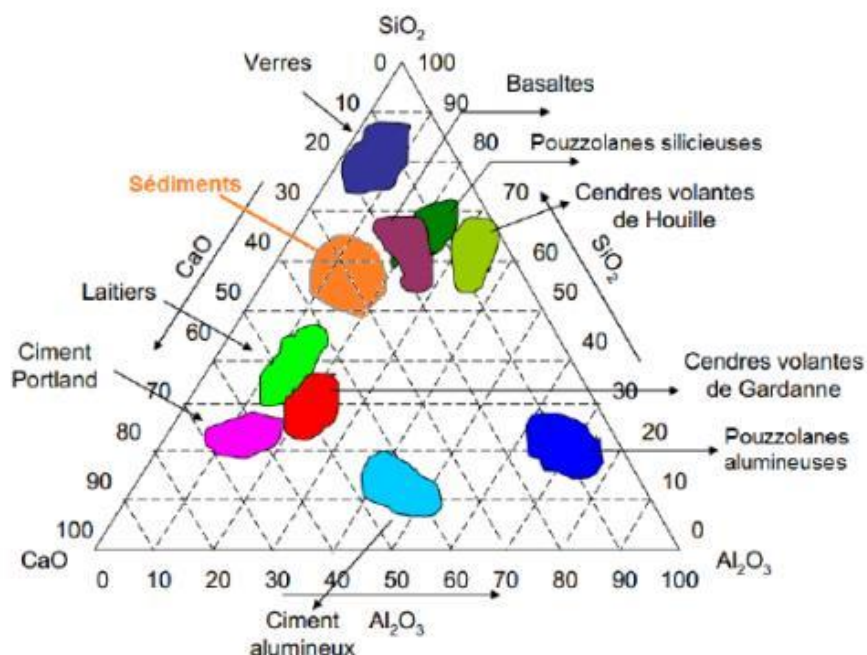


Figure I.4. Classification des sédiments dans le diagramme de Kiel-Rankine [37]

I.1.6. L'eau dans les sédiments

Les sédiments de dragage sont caractérisés par leur forte teneur en eau, exprimée en pourcentage (%). Cette teneur en eau est définie selon la mécanique des milieux poreux et en géotechnique comme étant le rapport entre le poids d'eau et le poids des grains d'un échantillon de sol ou un matériau donné. Cette eau peut se présenter dans les sols et les sédiments sous plusieurs catégories (Figure I.5):

L'eau libre est l'eau qui se trouve dans les macroporosités du sol, elle est soumise la force de gravité jusqu'à ce qu'arrive à la couche imperméable. Cette eau peut être éliminée par une simple décantation.

- **L'eau capillaire** : c'est l'eau liée aux particules qui est soumise aux forces de tension et l'action de la gravité, elle s'élève au-dessus de la surface d'une nappe libre pour former une frange capillaire.
- **L'eau colloïdale** : elle représente l'eau qui forme les hydrates ou réagissant avec les différents éléments présents dans le sol comme le gypse et l'argile. Elle peut être éliminée par simple traitement de séparation solide –liquide.
- **L'eau intercellulaire** : on parle de l'eau chimiquement liée dans la composition du matériau lui-même. Ce type d'eau n'est pas éliminable avec le procédé de traitement thermique.

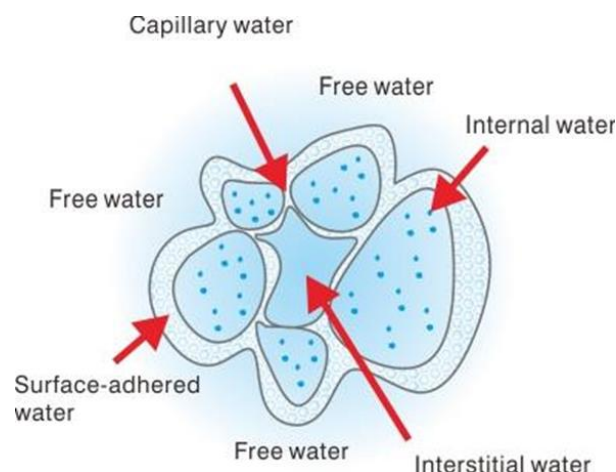


Figure I.5. Les différentes catégories d'eau dans le sol [38]

I.1.7. Les matières organiques (MO)

Les matières organiques dans les sédiments sont définies comme étant la fraction du sol qui composent les organismes vivants, les résidus de végétaux et d'animaux et de produits en phase de décomposition[39]. La fraction organique peut être classée en deux catégories (Figure I.6.Principale phases d'évolution de la matière organique [44] :

Les substances non humiques constituées de composées minéraux simples connus dans la géologie et les éléments plus complexes comme les substances humiques [40]. Cette deuxième catégorie se compose de macromolécules organiques. Elle représente entre 85 et 90% de la matière organique totale selon COLIN [41]. Les substances humiques sont des matériaux polymères naturels principalement constitués de carbone et d'oxygène formés par un procédé chimique et biochimique et connus par leurs solubilités dans différents réactifs. Ils sont caractérisés par leur vitesse de décomposition très lente, qui peut atteindre une centaine d'années. Ils jouent un rôle important dans les interactions organo-minérales dans les sédiments. Les substances humiques (SH) peuvent se diviser en deux grandes catégories indépendamment de leurs origines et sont défini par leur solubilité :

- Acides fulviques (AF) : ce sont des composés solubles en solution aqueuse (milieu basique et acide), il représente principalement la fraction la plus importante des substances humiques totales [40].
- Acide humiques (AH) : la couleur noire des sédiments généralement vient de ce type d'acides qui sont des composés solubles uniquement dans les milieux basiques et parfois insolubles.
- L'humine : cette fraction est totalement insoluble que ce soit dans les milieux acides ou basiques [42].

Les substances humiques (SH) sont principalement des polycondensats qui contiennent de 50 à 70% de composés phénoliques ou benzènes carboxyliques et de 30 à 50 % de chaînes peptidiques et suite à leurs hétérogénéités il devient difficile de définir une structure chimique générique. Le Tableau I-2. gamme de concentration élémentaire des substances humique[43] montre les principaux éléments des AH et AF. Le pourcentage de carbone dans les acides humiques varie entre 53 et 58 % et pour l'oxygène de 32 à 38%. Concernant les acides fulviques la concentration de carbone est dans l'intervalle de 40 à 50% et celui de l'oxygène de 39 à 49%, et avec des pourcentages d'hydrogène(H), d'azote (N) et de soufre(S) qui varient respectivement de 3 à 7% ,de 0,8 à 4,3 % et de 0,1 à 3.6% [43].

Tableau I-2. gamme de concentration élémentaire des substances humique[43]

Élément	% Acide humique	% acide fulviques
carbone	53,8-58,7	40,7-50,6
Oxygène	32,8-38,3	39,7-49,8
Hydrogène	3,2-6,2	3,8-7
Azote	0,8-4,3	0,9-3,3
Soufre	0,1-1,5	0,1-3,6

Les substances humiques SH se composent principalement des groupes d'oxygène carbonyles, alcool, carboxyle, s'azote et soufrés (sulfates, acide sulfoniques). La Figure I.3. représentation imagée des différentes fraction constitutives du sol[33]. La masse molaire des acides humiques varie de 10 000 à 100 000 g/mole, et celle des acides fulviques varie de 500 à 5000 g/mole.

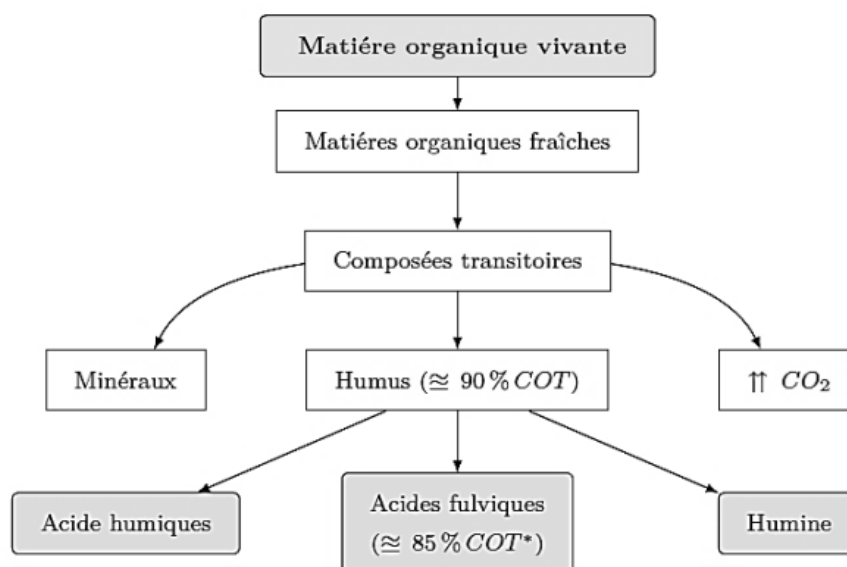


Figure I.6.Principale phases d'évolution de la matière organique [44]

Tableau I-3.Teneur des groupes chimiques dans les substances humiques (m mol/g)[43]

Groupe	% Acide humique	% acide fulviques
Acidité totale	5,6-7,7	6,4-14,2
COOH	1,5-5,7	6,1-11,2
OH phénolique	2,1-5,7	0,3-5,7
OH alcool	0,2-4,9	2,6-9,5
CO quinconique	1,4-2,6	0,3-2,0
CO cétonique	0,3-1,7	1,6-2,7
OCH3	0,3-0,8	0,3-1,2

La Figure I.7 affiche la représentation bidimensionnelle simplifiée de la structure tridimensionnelle de macromoléculaire des substances humiques, qui sont générés d'après la base de données chimiques.

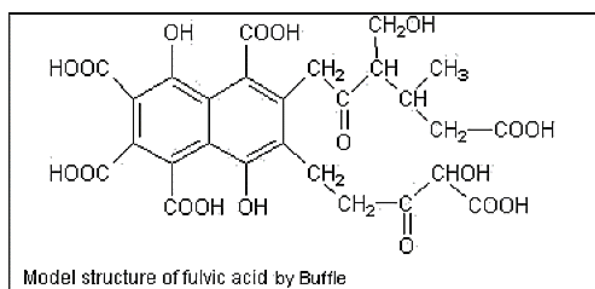


Figure I.7.Modèle de l'acide fulviques

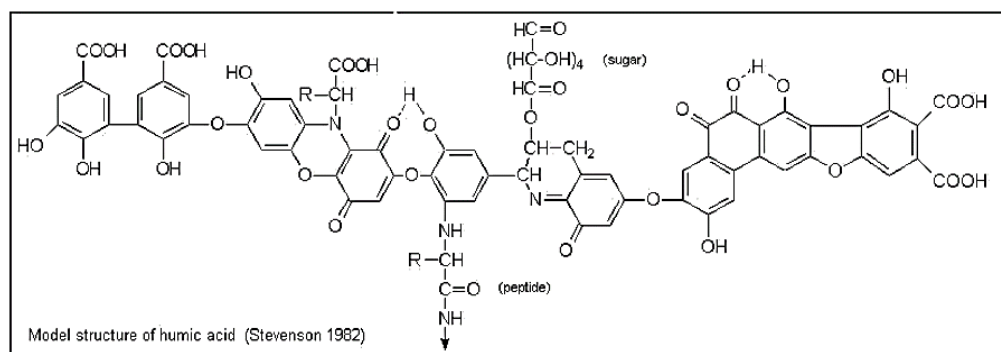


Figure I.8. Modèle de l'acide humique

I.1.8. Problématique des sédiments de dragage

I.1.8.1. Le dragage

Le dragage est une opération primordiale pour l'exploitation des ports et des voies navigables. Ces opérations de dragage permettent de prélever les sédiments du fond d'eau pour rétablir un tirant d'eau suffisant pour l'exploitation et la navigation. En France, la moyenne des volumes de sédiments dragués est autour de 50 millions de m³ par an [45]. On distingue trois principaux types de dragage : le dragage d'approfondissement, le dragage d'aménagement et le dragage d'entretien[46].

- **Le dragage d'entretien** : la sédimentation des matières en suspension est un phénomène naturel qui conduit à long terme à l'envasement progressif des ouvrages portuaires et chenaux d'accès. Les dragages d'entretien permettent de rétablir les tirants d'eau suffisants pour faciliter l'accès aux ports et assurer leur bon fonctionnement.
- **Le dragage d'approfondissement** : l'évolution de la taille des navires nécessite la modernisation des ports et notamment l'adaptation du seuil de navigation des bassins et chenaux d'accès.
- **Les travaux de construction et d'aménagement des ouvrages portuaires** : nécessite le déplacement de volumes importants de matériaux car les volumes dragués importants, et la présence de la matière organique et des contaminants dans les sédiments dragués. Selon le CEREMA « *Centre d'Etudes et Expertise sur les Risque, l'Environnement, la Mobilité et Aménagement* » une augmentation de 210% des quantités des sédiments dragués entre la période de 2013-2015 par rapport la période 2006-2008 dans les Outre-mer, et moins de 3% en Métropole (Figure I.9).

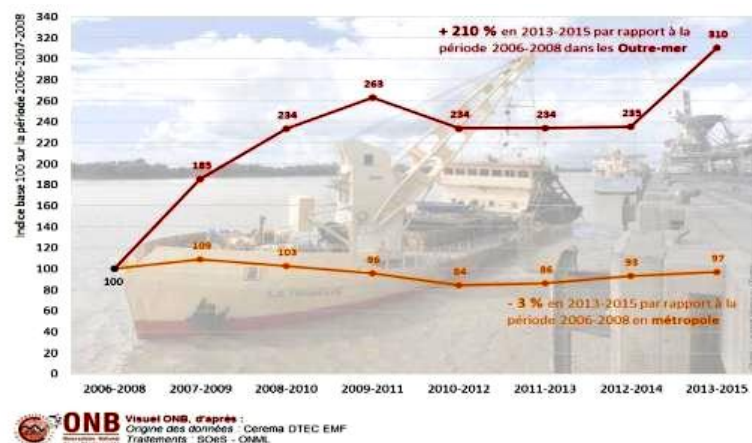


Figure I.9. Evolution du volume de sédiments dragués en France 2006-2015

En France, Il y a sept grands ports maritimes métropolitains dont les volumes de sédiments extraient représentent 22,32 millions de tonnes, soit 81% du total annuel. La répartition par les grands maritimes est donnée sur la Figure I.10 [47]. Concernant les autres ports hors les grands ports maritimes, les volumes de sédiments ont de l'ordre de 5,32 millions de tonnes.

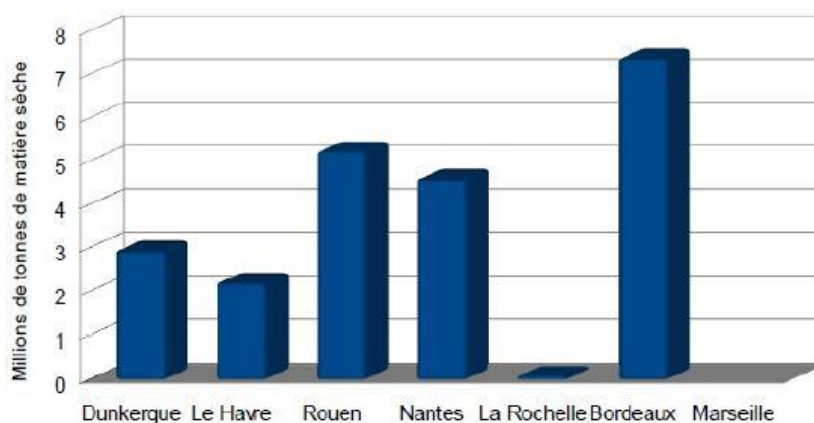


Figure I.10. Quantités de matières sèches draguées en 2015 dans les grands ports maritimes (en million de tonnes).[47]

La Figure I.11 montre les quantités de matières sèches draguées par département métropolitain en 2015 hors grands ports maritimes.

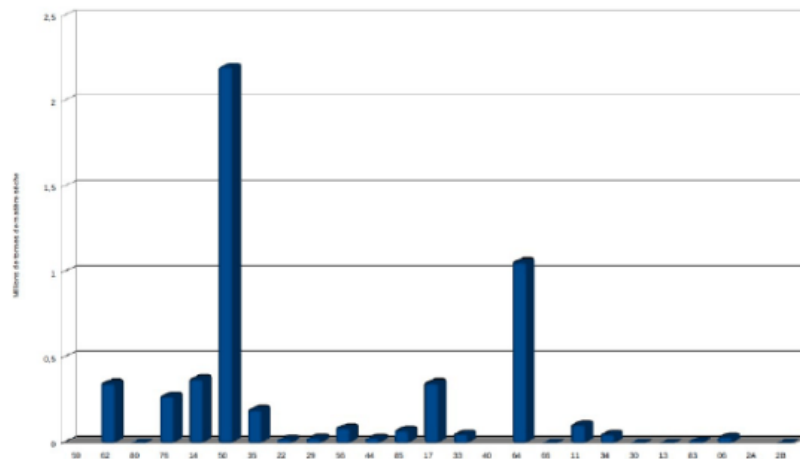


Figure I.11. Quantités de matières sèches draguées par département métropolitain en 2015 hors grands ports maritime de la problématique des métropole.[47]

Les volumes des sédiments dragués (ports et canaux) dans les autres pays sont présentés dans le Tableau I-4

Tableau I-4. Volume des sédiments dragués (ports et canaux) pour différents pays [48]

Pays	Sédiment dragué (m3/an)
France	50 000 000
Angleterre	40 000 000
Pays-Bas	45 000 000
Allemagne	50 000 000
Etats -Unis	250 000 000

I.1.8.2. Les techniques de dragage

La nécessité de dragage dans les différentes zones implique l'utilisation de différent type de technique afin d'extraire les sédiments. Ci-dessous quelques techniques de dragage :

- **Drague hydrauliques aspiratrice**

Cette technique consiste à aspirer à l'aide de pompes centrifuges (Figure I.12) un mélange de boues et d'eau à travers un tube muni d'un embout. La profondeur de dragage est inférieure ou égale à une trentaine de mètre. Il existe deux types de dragage aspirateur : les dragues aspiratrices stationnaires (DAS). Ce type de dragage est utilisé pour entretenir les ports et des chenaux d'accès portuaires et les dragues aspiratrices en marche (DAM) qui sont principalement utilisées en milieu portuaire pour l'excavation et l'élimination des matériaux non cohésifs et des sables peu compacts dans des zones trop étroites. Le rendement de cette technique peut arriver jusqu'à 7000m³/h[49]

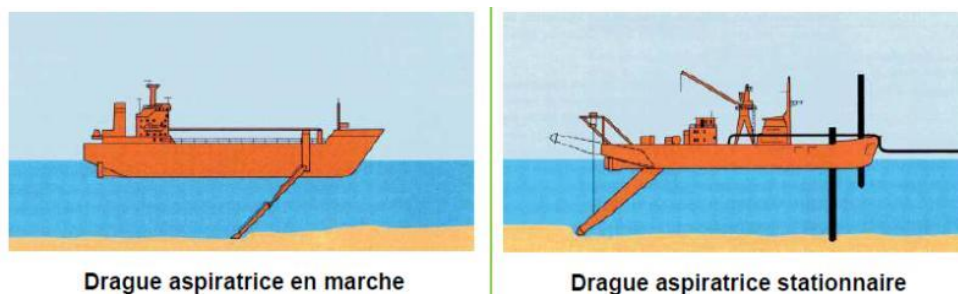


Figure I.12. Dragage aspiratrice des sédiments[49]

- **Dragues mécaniques**

Le dragage mécanique Figure I.13 est une technique très utilisée en France, et notamment les dragues à benne preneuse, les dragues à pelle et les dragues à godets. Ce type de dragage est très efficace surtout dans les zones difficiles d'accès (bordures de quais, bassins étroits) et peuvent travailler à des profondeurs allant jusqu'à 25 m pour les dragues à godets et 30 m pour les dragues à benne [49].

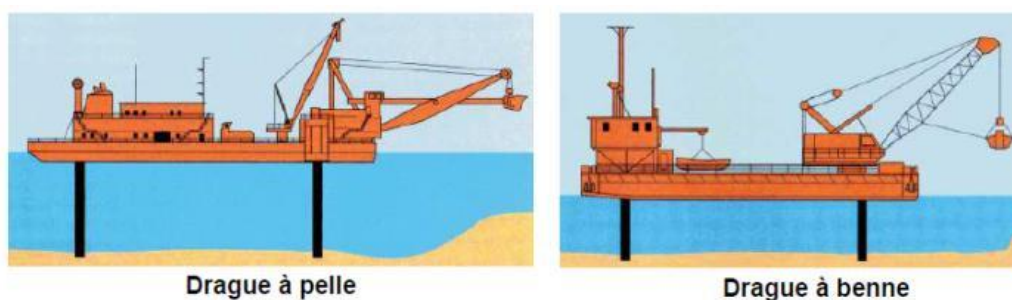


Figure I.13. Dragage mécanique des sédiments[49]

I.1.9. Les polluants dans les sédiments

Les polluants dans les sédiments génèrent des problématiques environnementales du premier ordre. La contamination présente dans les sédiments principalement causée par les rejets industriels, urbains et agricoles. En effet, ces activités sont à l'origine d'un grand nombre de substances toxiques (métaux lourds, polluants organiques et élément nutritif). Du fait de la nature fine des sédiments et la présence de matières organiques, les sédiments ont tendance à emmagasiner des substances à caractère toxique [1].

Les principales propriétés physicochimiques qui gèrent les interactions entre les contaminants et les sédiments dragués selon ALZIEU[1] sont :

- Le pH du milieu
- Les quantités et le type des particules fines
- La composition de la matière organique
- La quantité et la nature des ions présents
- La salinité des sédiments

I.1.9.1. Les polluants organiques

L'écosystème définit le terme « polluant organique » comme étant l'ensemble des composés hydrocarbonés d'origine naturelle qui peut contenir plusieurs espèces de différentes tailles et compositions[50]. Les polluants organiques représentent le troisième grand groupe de contaminants, qui contiennent principalement trois groupes : les HAP « Hydrocarbure Polycycliques Aromatiques », les PCB « polychlorobiphényles » et les TBT tributylétain.

- **Les hydrocarbures polycycliques aromatiques « HAP »**

Ce sont des substances dont la structure chimique est constituée de plusieurs noyaux aromatiques ayant en commun plus d'un atome de carbone. Les HAP constituent une large classe de contaminants qui se différencient par le nombre de noyaux aromatiques (de deux pour les naphthalènes à sept pour les couronnes) (Figure I.14), leur position dans la structure moléculaire ainsi que par la nature et la position des substituants[1]. Ils se caractérisent par une faible solubilité dans l'eau et une forte affinité dans les solvants organiques [51]

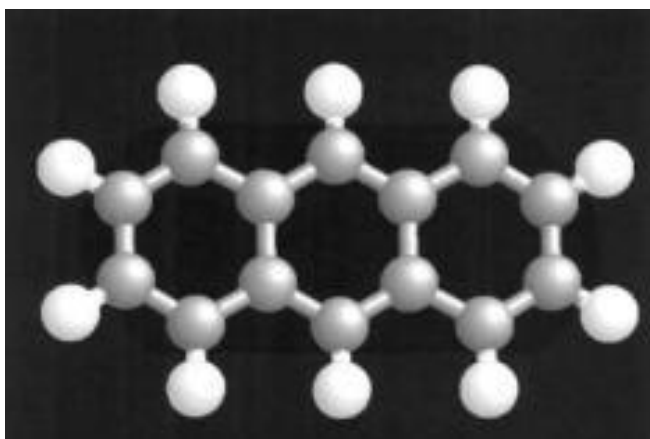


Figure I.14 Model HAP Anthracène.[1]

- **Les polychlorobiphényles « PCB »**

Le PCB se définit comme un composé organochloré de grande molécule (Figure I.15) et qui a comme formule chimique $C_{10}H_{(10-n)}Cl_n$ (avec $1 \leq n \leq 10$). Les PCBs forment une famille de composés ayant la même structure chimique (chaque noyau phényle pouvant comporter jusqu'à 5 atomes de chlore en substitution des atomes d'hydrogènes). Il existe, donc, 10 degrés de chloration allant du monochloro-biphényle au décachloro-biphényle sur le noyau de diphenyle [52]. Le groupe des PCB comprend 209 congénères (CB) qui se distinguent par le nombre d'atomes de chlore fixés sur la molécule (chloro-homo-logues ou isomères de composition), ainsi leur position sur le noyau biphényle (isomères de structure). Ces paramètres donnent l'identité de chaque cancérogène par la suite (solubilité, pression de vapeur)[1]. La quantité mondiale de PCBs produite est de 120 millions

de tonnes dont environ 40 millions sont dispersées dans l'écosystème [51] et qui présentent une vraie problématique écologique. Aujourd'hui, les pouvoirs publics ont pris conscience de cette problématique et les risques liés à l'exposition aux PCB. En France comme aux USA, de nombreuses mesures ont été prises et imposées afin de limiter l'exposition aux PCB [53]

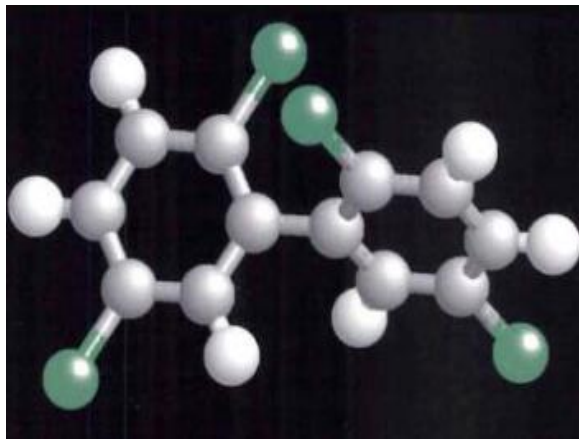


Figure I.15. Model PCB Tétrachlorobiphényl[1].

- **Le Tributylétain « TBT »**

Le TBT fait partie de la famille des organostanniques Figure I.16[51] et qui a pour formule chimique $(n-C_4H_9)_3Sn-X$, les TBTs ont une forte capacité d'adsorption sur les matières solides en suspension [54]. Les produits de dégradation du Tributylétain dans l'environnement sont le dibutylétain (DBT) et le monobutylétain (MBT). Ces deux substances sont aussi toxiques mais leur toxicité est moindre que celle du TBT.

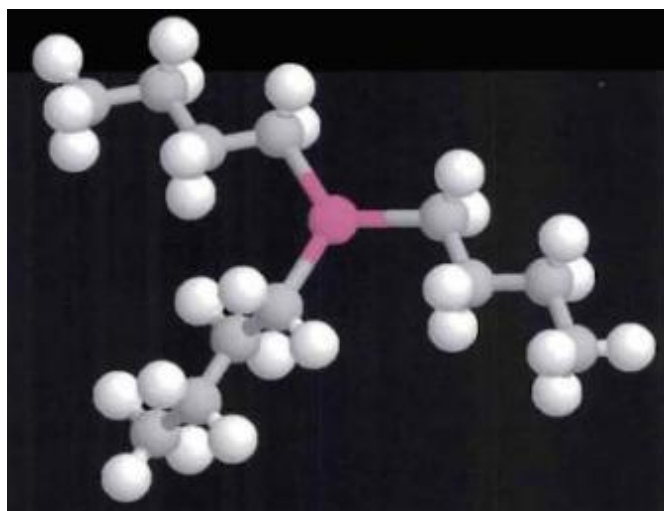


Figure I.16. Model TBT Tributylétain.[1]

Les origines des micropolluants sont diverses et peuvent être classées suivant Tableau I-5

Tableau I-5. Origine des micropolluants dans les sédiments[55]

Micropolluants	Sources
HAP	Biosynthèse par des organismes vivants; Pyrolyse des matières organiques à haute température ; Usines de production d'Aluminium; Raffineries de pétrole; Rejets urbains; Utilisation des carburants fossiles
PCB	Pertes lors de remplissage et retraitement de systèmes clos (transformateurs, condensateurs); Activités liées à la récupération des matériaux ferreux; Rejets urbains et décharges de matériel usagé (additifs dans les peintures, les encres
TBT	Matière active des peintures antisalissure de bateau

I.1.9.2. Les métaux lourds

Les métaux lourds proviennent principalement par certaines activités industrielles et aux stockages des déchets liées à l'activité humaine et aussi par l'altération des roches [51]. En effet, les métaux lourds se trouvent sous plusieurs formes : ions, adsorbés à la surface des particules minérales et des matières organiques. Les principaux métaux lourds qu'on trouve dans les sédiments sont : le Cadmium, le Cuivre, le Zinc, le Nickel, le Mercure, le Chrome, le Plomb, l'Arsenic[1]. Les plus dangereux sont le mercure, le cadmium qui bloque les activités enzymatiques du métabolisme. Ils sont suivis par le plomb, le cuivre, le nickel, le chrome, le zinc et le l'arsenic. Les sources détaillées de la pollution par des métaux lourds sont synthétisées dans le Tableau I-6. Source de pollutions par les métaux lourds[1]

Tableau I-6. Source de pollutions par les métaux lourds[1]

Métaux	Sources de polluants
Cadmium	Engrais phosphatés ; industries de traitement de surface des métaux ; industrie de stabilisation des matières plastiques ; fabrication des accumulateurs et des radiateurs automobiles ; fabrication de colorants.
Cuivre	Fils électriques ; radiateurs automobiles ; appareils de chauffage ; traitements de surface.
Zinc	Produits pharmaceutiques ou domestiques ; conduites d'eau ; peintures ; piles ; galvanisation ; traitements de surface.
Nickel	Fabrication d'aciers et d'alliages spéciaux ; recouvrement de surface par électrolyse ; hydrogénation des huiles et substances organiques ; fabrication de peintures ; de laque et de produits cosmétiques.
 Mercure	La fabrication et l'usage de catalyseurs ; de fongicides ; de pigments et composés mercuriels ; les piles au mercure ; la fabrication de chlore par électrolyse sur cathode de mercure ; le traitement des minerais non ferreux ; l'incinération de déchets et la combustion du charbon.

Chrome	L'extraction de la chromite, minéral de fer et de chrome ; la métallurgie ; la technologie des matériaux réfractaires et l'industrie de traitement de surface.
Plomb	La fabrication de batteries ; peintures ; additifs pour l'essence ; industries pharmaceutiques et sidérurgiques ; ateliers photographiques ; télévisions.
Sélénium	Fabrication de peintures et colorants ; verre ; semi-conducteurs ; insecticides ; alliages.
Arsenic	L'extraction, le transport et le traitement métallurgique ; les rejets urbains ; la combustion du charbon ; production de trioxyde d'arsenic pour les pesticides en agriculture et les traitements des bois.

I.1.10. Réglementation applicable au dragage et à l'immersion des sédiments

Les sédiments de dragage sont souvent pollués avec des degrés différents de pollution, évoquées précédemment. La réglementation française interfère à plusieurs niveaux sur les procédures d'entretien des zones portuaires et des cours d'eau. En effet, différents textes de loi ont été mis en place et donnent lieu à des autorisations spécifiques avant toutes opérations de gestion de ces sédiments. La Figure I.17. Présentation réglementaire sur la gestion des sédiments[56] illustre l'ensemble des circulaires et des arrêtés qui encadrent la filière.

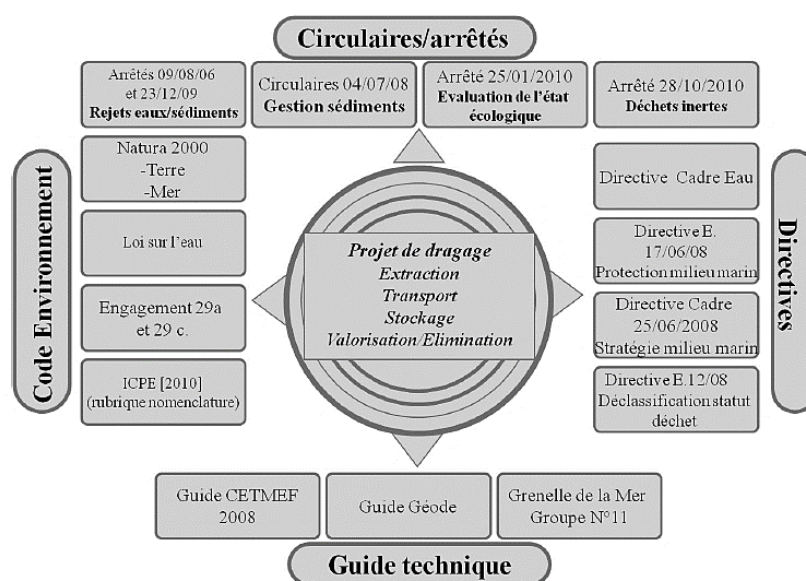


Figure I.17. Présentation réglementaire sur la gestion des sédiments[56]

I.1.10.1. Réglementation internationale

- **Protocole de Londres**

Le protocole de Londres conclue en décembre 1972 sur la prévention de la pollution des mers par l'immersion des déchets. Cette convention est parmi les premières conventions qui visent à protéger le milieu marin des activités humaines et de prendre des mesures de contrôle des sources de pollution

et met en place des mesures de protection selon les moyens scientifiques et économiques en vue d'une préservation efficace de l'environnement.

- ***La convention de Barcelone***

La convention de Barcelone (Convention pour la protection de la mer Méditerranée) a été mise en application en décembre 1976. Ces principaux objectifs sont de s'engager individuellement ou conjointement à protéger et préserver le milieu marin en méditerranée et de réduire ou d'arrêter toute opération de pollution dans cette zone. Les formes de pollution visées par cette convention sont la pollution due aux opérations d'immersion effectuées par les navires et les aéronefs, la pollution par les navires, la pollution résultante de l'exploration et de l'exploitation du plateau continental, du fond de la mer et de son sous-sol, la pollution d'origine tellurique[34].

- ***Convention OSPAR***

La convention Ospam (Oslo-Paris) créée pour la protection du milieu marin de l'atlantique Nord – Est, la convention était accordée et signée officiellement à Paris le 22 septembre 1992 par les 15 pays et plus les entrants de l'union européenne. Cette dernière est la mise à jours de la convention d'Oslo 1972 sur les immersions de rejets en mer et la convention de paris de l'année 1974 sur la pollution marine tellurique. Elle vise de larges mesures de protection des opérations d'immersion de déchets en mer[57]. La convention Ospam a permis de mettre en place un guide pour la gestion des sédiments de dragage qui définit en détail les choix et critères des sites d'immersion de ces rejets en mer.

I.1.11. La réglementation européenne

- ***Directive cadre sur l'eau***

La directive cadre sur l'eau 2000/60/CE du 23 Octobre 2000 définit sur la base écologique et chimique le bon état de la masse d'eau. Elle a mis l'accent sur la protection du milieu aquatique que ce soit les surfaces continentales, marines et eau sous terraines. Ils ont sélectionné 33 substances listées dans la directive, et une mise à jour de la liste de ces substances en rajoutant 12 substances surveillées et contrôlées par UE.

- ***Directive cadre sur les déchets***

La directive cadre sur les déchets 2008/98/CE du 19 novembre 2008 a permis de mettre en place un texte juridique pour cadrer le traitement des déchets au sein de l'union européenne. L'objectif est de protéger la santé humaine et l'environnement par le contrôle et la surveillance des effets nocifs des activités de production et de la gestion des déchets [57]

- ***Directive cadre stratégie pour le milieu marin***

La directive cadre « stratégie pour le milieu marin » 2008/56/CE du 17 juin 2008 exige principalement comme objectif d'atteinte un meilleur état écologique des milieux marins pour

l'année 2020 et le développement de la biodiversité marine. Ces objectifs sont définis par 11 facteurs qualitatifs dont plusieurs s'appliquent aux impacts potentiels des activités de dragage.

I.1.12. Classification réglementaire des déchets

La caractérisation chimique des sédiments a pour objectif de vérifier la présence ou l'absence de substances indésirables dans les sédiments. Elle permet de définir le caractère dangereux, inerte ou non inerte des sédiments ainsi que de pouvoir s'orienter sur les filières de gestion préférentielles. La figure ci-dessous illustre le logigramme à appliquer pour une gestion optimale des sédiments.

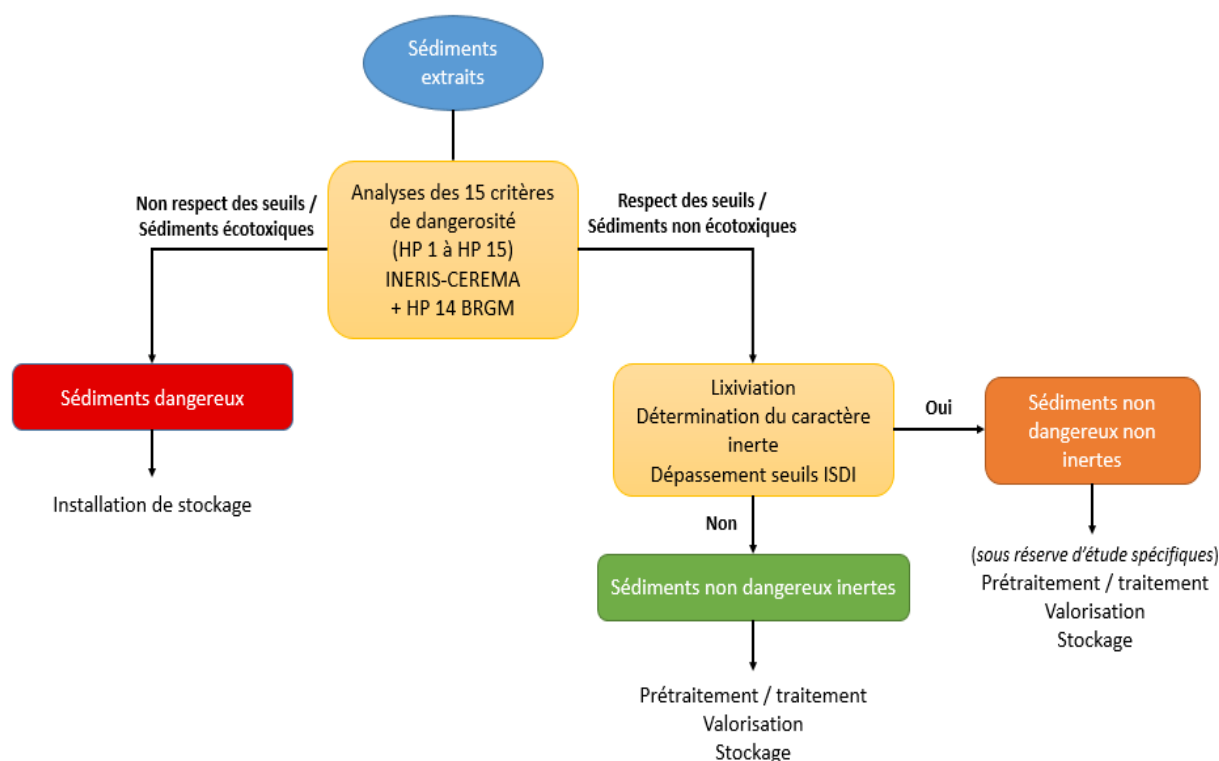


Figure I.18. Caractérisation des sédiments pour une gestion à terre.

I.1.13. Détermination du caractère dangereux d'un sédiment

Un déchet dangereux est un déchet qui présente une ou plusieurs des propriétés de dangers HP 1 à HP 15 (Tableau I-7. Propriétés de dangerosités HP1 à HP15 – Détermination du caractère dangereux d'un déchet.. Ils sont signalés par un astérisque dans la liste des déchets mentionnée à l'article R. 541-7 du code de l'environnement. Dans le cas des sédiments, seuls les critères HP 4, HP 5, HP 6, HP 7, HP 8, HP 10, HP 11, HP 13 et HP 14 seront pris en compte dans l'évaluation du caractère dangereux. En effet, concernant les autres critères, ils ne sont pas adaptés aux sédiments (critères HP 1, HP 2, HP 3 et HP 9) ou aucune méthodologie n'existe à ce jour (HP 12 et HP 15).

Tableau I-7. Propriétés de dangers HP1 à HP15 – Détermination du caractère dangereux d'un déchet.

Critère	Dénomination	Méthodologie	Critère	Dénomination	Méthodologie
HP1	explosif	Non adaptée	HP9	Infectieux	Pas de méthodologie
HP2	Comburant	Non adaptée	HP10	Toxique pour la reproduction	Etude INERIS-CEREMA
HP3	Inflammable	Non adaptée	HP11	Mutagène	Etude INERIS-CEREMA
HP4	irritant	Etude INERIS-CEREMA	HP12	Dégagement d'un gaz à toxicité aigüe	Pas de méthodologie
HP5	Toxicité spécifique	Etude INERIS-CEREMA	HP13	Sensibilisant	Etude INERIS-CEREMA
HP6	Toxicité aigüe	Etude INERIS-CEREMA	HP14	Ecotoxique	Protocole BRGM
HP7	Cancérogène	Etude INERIS-CEREMA	HP15	Déchet capable de présenter une des propriétés dangereuses susmentionnées	Non adaptée
HP8	Corrosif	Etude INERIS-CEREMA			

I.1.14. Étude INERIS-CEREMA

Pour évaluer les critères HP 4, HP 5, HP 6, HP 7, HP 8, HP 10, HP 11 et HP 13, une étude INERIS-CEREMA a défini des seuils au-dessus desquels les sédiments sont considérés comme dangereux sans analyse approfondie. Pour rappel, ces analyses sont réalisées sur des sédiments secs Tableau I-8.

Tableau I-8. Seuils de dangerosité de l'étude INERIS-CEREMA.

polluant	Substance	Unité	seuils de dangerosité
Métaux lourds	Arsenic	mg/kg MS	530
	Cadmium	mg/kg MS	250
	Chrome ou Chrome VI (*)	mg/kg MS	4000
	Cuivre	mg/kg MS	500
	Mercure	mg/kg MS	130
	Nickel	mg/kg MS	1000
	Plomb (**)	mg/kg MS	7230
	Zinc	mg/kg MS	50
PCB	PCB totaux	mg/kg MS	500
HAP	HAP totaux (***)	mg/kg MS	

Lorsque les seuils sont dépassés, une étude approfondie peut être effectuée pour démontrer le non dangerosité des sédiments. Si la valeur mesurée dans les sédiments dépasse les seuils mentionnés ci-dessus, les sédiments peuvent encore être considérés comme non dangereux si :

- (*) pour le chrome total : une analyse du chrome VI est réalisée et le résultat ne dépasse pas le seuil des 250 mg/kg.
- (**) pour le plomb : la teneur des sédiments en plomb n'excède pas 3000 mg/kg MS et celle du chrome VI reste inférieure à 50 mg/kg MS.
- (***) pour les HAP : les valeurs des HAP ne dépassent pas les seuils du Tableau I-9. Seuils de dangerosité de l'étude INERIS-CEREMA pour les HAP..

Tableau I-9. Seuils de dangerosité de l'étude INERIS-CEREMA pour les HAP.

Polluant	Substance	Unité	Seuils de dangerosité
Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques	Naphtalène	mg/kg MS	10 000
	Acénaphthylène	mg/kg MS	500
	Phénanthrène	mg/kg MS	50 000
	Fluoranthène	mg/kg MS	50 000
	Benzo(a)anthracène	mg/kg MS	50 000
	Chrysène	mg/kg MS	1000
	Benzo(b) fluoranthène	mg/kg MS	1000
	Benzo(k) fluoranthène	mg/kg MS	1000
	Benzo(a)pyrène	mg/kg MS	1000
	Dibenzo (a, h) anthracène	mg/kg MS	3000
	Tributylétain	mg/kg MS	10 000

I.1.15. Le protocole HP

Le protocole HP 14, défini par le BRGM [58] est spécifique pour déterminer le caractère écotoxique des sédiments. L'évaluation éco toxicologique des polluants permet de caractériser leur effet toxique sur les écosystèmes aquatiques et terrestres ainsi que de mettre en évidence les expositions potentielles de l'homme aux substances toxiques des sédiments via le processus de bioaccumulation. Le facteur déclenchant l'application de ce protocole est le dépassement d'un seuil S1 (Tableau I-10) pour au moins un des paramètres chimiques. Les essais à réaliser sont ceux proposés dans le rapport « Classification réglementaire des déchets – Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité »[59]. La Figure I.19 illustre le logigramme à appliquer pour qu'un sédiment puisse être considéré comme étant non dangereux, il doit d'une part respecter les valeurs seuils de l'étude INERIS-CEREMA, et d'autre part, être caractérisé comme étant non écotoxique par le protocole HP 14 du BRGM (janvier 2013).

Si le sédiment est déclaré non dangereux à l'issue de cette procédure, il est nécessaire de déterminer le caractère inerte ou non du sédiment.

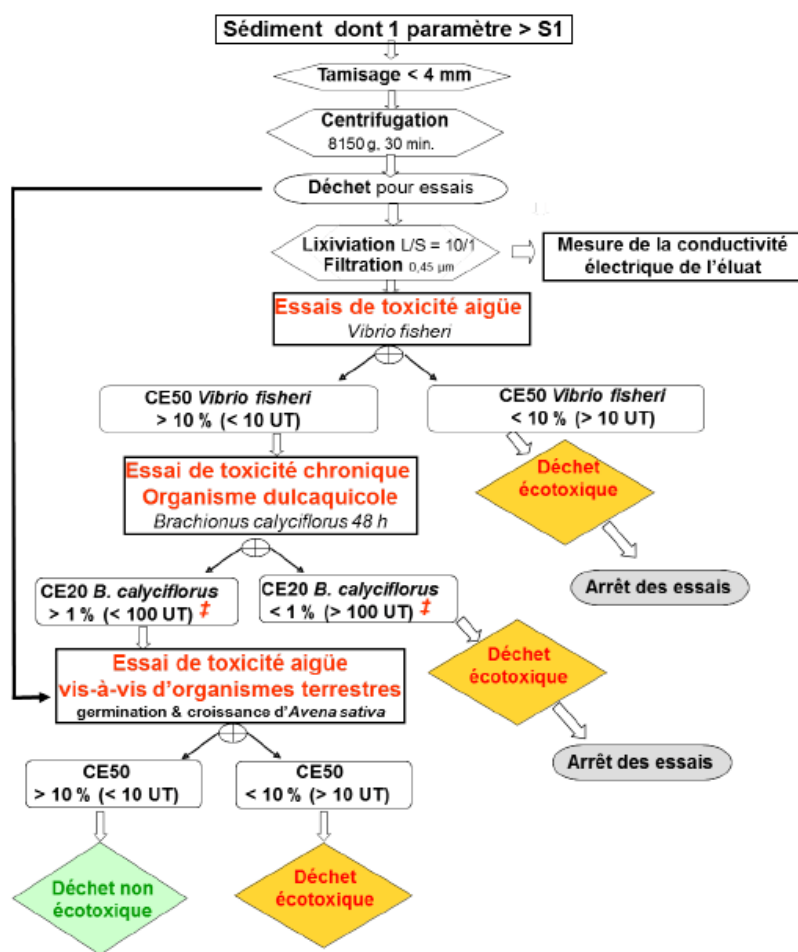


Figure I.19. Protocole HP14 sédiments.

Tableau I-10 Rappel des valeurs seuils de l'arrêté du 9 août 2006. [60]

Paramètre	Niveau N1 (mg/kg) Sédiments marins/estuariens	Niveau N2 (mg/kg) Sédiments marins/estuariens	Niveau S1 (mg/kg) Sédiments de cours d'eau/canaux
As	25	50	30
Cd	1,2	2,4	2
Cr	90	180	150
Cu	45	90	100
Hg	0,4	0,8	1
Ni	37	74	50
Pb	100	200	100
Zn	276	552	300
PCBs totaux	0,500	1,00	0,680
PCB 28	0,025	0,05	pas de seuil
PCB 52	0,025	0,05	pas de seuil
PCB 101	0,050	0,10	pas de seuil
PCB 118	0,025	0,05	pas de seuil
PCB 138	0,050	0,10	pas de seuil
PCB 153	0,050	0,10	pas de seuil
PCB 180	0,050	0,10	pas de seuil
Σ 16 HAP US EPA [‡]	pas de seuil	pas de seuil	22,8

[‡] 16 HAP de la liste US EPA : naphtalène, acénaphthylène, fluorène, acénaphthène, anthracène, phénanthrène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, indéno-pyrène, dibenzo(a)anthracène, benzo(ghi)pérylène.

I.1.16. Détermination du caractère inerte d'un sédiment

Un déchet est considéré comme étant inerte lorsqu'il ne subit « aucune modification physique, chimique ou biologique importante, qu'il ne se décompose pas, ne brûle pas, ne produit aucune réaction physique ou chimique, n'est pas biodégradable et ne détériore pas les matières avec lesquelles il entre en contact d'une manière susceptible d'entraîner des atteintes à l'environnement ou à la santé humaine »[61]. Afin d'évaluer le caractère inerte ou non des sédiments, des analyses sur lixiviat et sédiments secs sont réalisées. Elles ont pour but d'identifier le comportement des polluants et de mettre en évidence les risques de transfert (remobilisation des polluants en milieu aqueux).

Il n'existe pas de seuil spécifique pour déterminer le caractère inerte ou non des sédiments. C'est pourquoi les seuils présentés dans le Tableau I-11, les seuils du caractère inerte d'un sédiment correspondent aux seuils d'admission en installation de stockage de déchets inertes (ISDI)[62]. Le test de lixiviation normalisé NF EN 12457-2 est celui qui doit être appliqué. L'analyse des concentrations contenues dans le lixiviat porte sur les métaux (As, Ba, Cr total, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Sb, Se et Zn). Pour qu'un sédiment puisse être considéré comme étant inerte, il doit respecter ces seuils ISDI fixés par l'arrêté du 12 décembre 2014.

Tableau I-11 Seuil du caractère inerte d'un sédiment

	Substance	Unité	Seuils ISDI		Substance	Unité	Seuils ISDI
Sur lixiviat Norme NF EN 12457-2	Arsenic (As)	mg/kg MS	0.5	Sur lixiviat Norme NF EN 12457-2	Chlorure	mg/kg MS	800
	Baryum (Ba)	mg/kg MS	20		Fluorure	mg/kg MS	10
	Cadmium (Cd)	mg/kg MS	0.04		Sulfates	mg/kg MS	1 000
	Chrome total (Cr)	mg/kg MS	0.5		Indice Phénol	mg/kg MS	1
	Cuivre (Cu)	mg/kg MS	2		COT sur éluât	mg/kg MS	500
	Mercure (Hg)	mg/kg MS	0.01		Fraction soluble (FS)	mg/kg MS	4 000
	Molybdène (Mo)	mg/kg MS	0.5		Carbone organique total (COT)	mg/kg MS	30 000
	Nickel (Ni)	mg/kg MS	0.4		BTEX	mg/kg MS	6
	Plomb (Pb)	mg/kg MS	0.5		PCB (7 congénères)	mg/kg MS	1
	Antimoine (Sb)	mg/kg MS	0.06		Hydrocarbures C10 à C40	mg/kg MS	500
Sur sédiments secs	Sélénium (Se)	mg/kg MS	0.1	Sur sédiments secs	HAP	mg/kg MS	50
	Zinc (Zn)	mg/kg MS	4				

I.1.17. Prétraitement et caractérisations des sédiments

Il est difficile d'établir une liste exhaustive est complète pour les prétraitements et les traitements des sédiments de dragage (physiques, chimiques, biologique. etc.). Cependant il y a des méthodes qui sont déjà appliquées et d'autres en cours de développement.

I.1.17.1. Les prétraitements

Ils représentent les opérations de préparation des sédiments visant leurs stockage, ces interventions ont pour objectif principal la diminution de la quantité d'eau des sédiments par la décantation [5]. Etant donné que les sédiments ont des teneurs en eau importante cela induit à des volumes important et couteux d'un point de vue économique (transporter et dépôt à terre). Mis à part la décantation des sédiments, la deuxième opération de prétraitement concerne la séparation granulométrique par criblage ou sédimentation. Le choix de ces deux méthodes est dicté par le coût et la facilité de mise en œuvre.

I.1.17.1.1 Séparation physique

- **Décantation**

La décantation est l'effet de séparation, sous l'effet de la gravitation, de plusieurs phases (solide et liquide dans le cas des sédiments de dragage), il s'agit d'une opération la moins coûteuse et facile à gérer. L'utilisation des flocculant est recommander afin d'accélérer la vitesse de décantation. Parmi les systèmes décanteurs conventionnels fonctionnels on trouve les décanteurs lamellaires.

- **Séchage**

Le deuxième type de séparation physique est le séchage. Cette technique a besoin d'un bassin exposé à l'air libre (Figure I.20). Le principe de séchage est basé sur le drainage. La nécessité de large surface ainsi de la durée de cette opération est relativement longue. Parfois dans les zones humides où les précipitations sont fortes, le séchage des sédiments peut prendre beaucoup plus de temps.



Figure I.20.exemple des bassins de séchage[93]

- **Géo-tube**

Les Géo-tubes sont une nouvelle technologie de déshydratation des sédiments adaptée. Elle répond au problème de stockage présenté dans le système précédent. Un tube de géotextile est une sorte de grand sac de géotextile tissé, en polypropylène ou en polyéthylène. À travers un tuyau de rejet du matériau de dragage est amené dans le tube géotextile, les pores dans le tissu permet à l'excès d'eau à s'évacuer (Figure I.23). L'avantage de cette technique est la possibilité de stockage de quantités importantes de sédiments dans des surfaces moindres. Souvent on utilise des polymères afin de faciliter la séparation des phases solides et liquides.



Figure I.21 Géo-tube. [95]

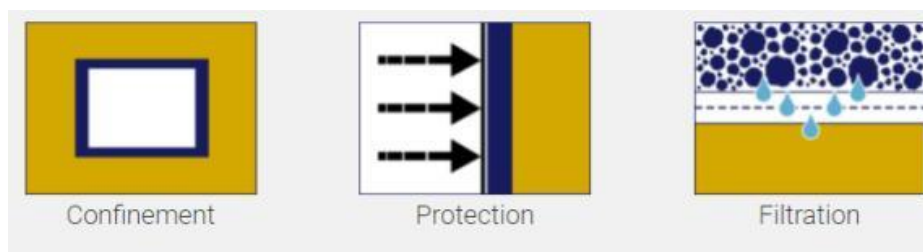


Figure I.22. Système de fonctionnement des Géo-tube[96]

I.1.17.2. **Déshydratation mécanique**

La déshydratation mécanique est une technique qui permet de réduire les masses d'eau des sédiments. L'ajout de produits flocculant facilite le phénomène d'assemblage des particules solides, ensuite une action mécanique qui sera appliquée à fin d'arriver à une teneur en eau environs 20 à 30%. On distingue trois types de déshydratation mécanique qui sont : par filtration, par pressage et par centrifuge.

- **Déshydratation par filtration**

La déshydratation par filtration s'agit d'une opération de séparation qui permet de séparer les phases liquide-solide, des filtres à bande permet de déshydraté ces sédiments en continu entre deux toiles filtrantes[97]. Le fonctionnement de cette instrument est de prisonnier les boues avant son arrivée dans la zone d'égouttage (Figure I.23) par un simple drainage sur la première toile, la phase flocculant est égouttée, le choix du produit flocculant est nécessaire pour assurer une meilleure floculation et conduit vers une bonne aptitude à l'égouttage.

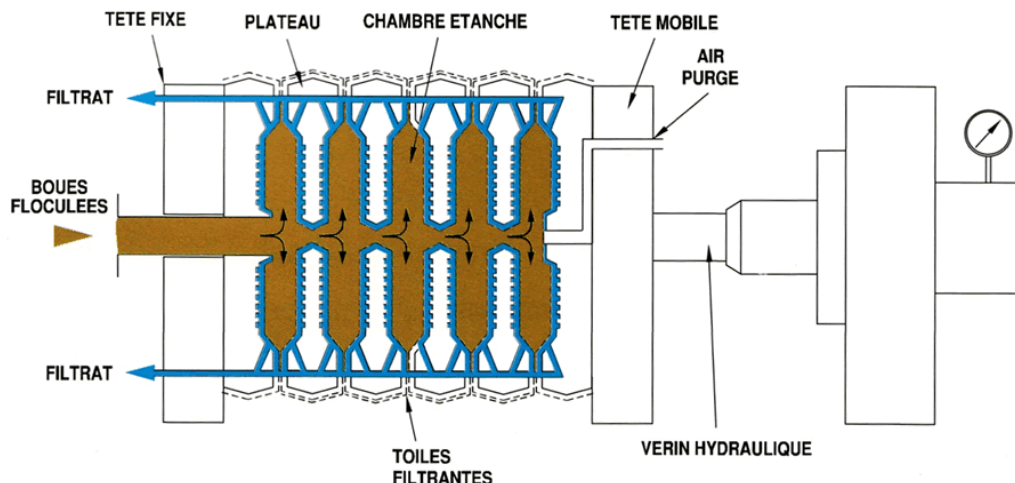


Figure I.23. fonctionnement de la déshydratation par filtrage

• Déshydratation par pressage

Il s'agit d'un système d'injection des sédiments après floculation à l'aide d'une pompe dans un tamis cylindrique dans lequel tourne lentement une vis (Figure I.24). L'âme centrale de la vis s'évase côté sortie des sédiments et les pas des spires de la vis se rétrécissent dans un même temps, à l'augmentation de la pression. L'eau contenue dans ces sédiments a alors tendance à s'échapper par les fentes du tamis et une rampe de lavage mobile nettoie périodiquement l'extérieur du tamis, section par section, sans interrompre la déshydratation. Les avantages de ce système sont la réduction de la quantité de la boue dans le tamis et l'évacuation des filtrats améliorés grâce à la position inclinée de la presse[98]

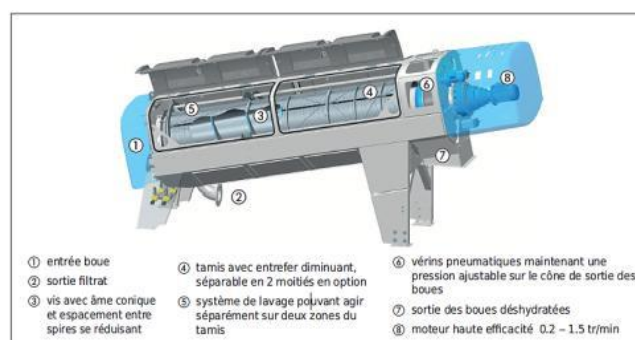


Figure I.24. Vue de l'intérieur d'une Presse à Vis HUBER Q-PRESS [98]

• Déshydratation par Centrifugation

La déshydratation par centrifuge (Figure I.25) est basée sur la force de centrifuge afin de séparer les phases solides et liquides plus rapidement que d'autres techniques, cette force de rotation créée par un bol cylindro-coniques à une grande vitesse, les sédiments déshydratés sont évacués sous forme d'une pâte avec des teneurs eaux réduit

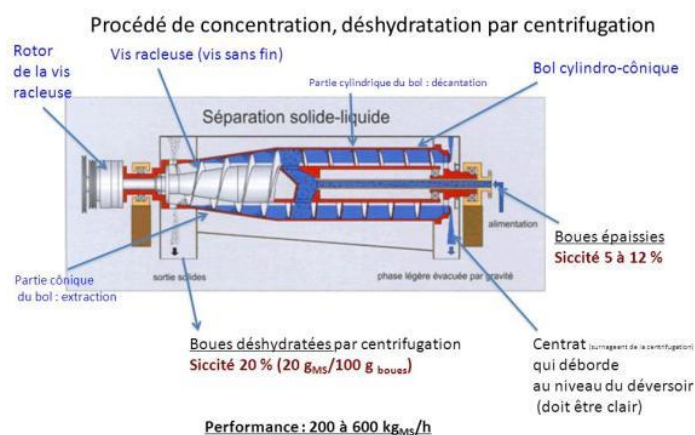


Figure I.25.Principe de fonctionnement la déshydratation centrifuge[99]

I.1.18. Les traitements des sédiments pollués

Les sédiments pollués posent un majeur problème pour l'écosystème, pour cela des moyens technologiques ont été mis en cause pour réserver l'environnement les méthodes classiques celle de l'immersion en mer et le stockage à terre sont évité à cause de ces impacts d'une part sur l'environnement aquatique et d'autre part sur les nappes phréatiques. Désormais de nouvelles techniques existent pour rendre ces sédiments pollués valorisables dans diverses applications. On peut classer ces traitements en trois catégories [40].

I.1.18.1. *Traitement biologique*

Il consiste à utiliser des micro-organismes telles que les bactéries ou des enzymes et même des champignons [5] afin de réduire ou d'éliminer la matière organique ou oxyder les sulfures métalliques [50]. Ainsi la technique de phytoremédiation qui permet à certaines plantes comme (strates herbacées, plantes, arbustes, arbres, algues) le pouvoir à rassembler, cumuler, transformer ou détruire les substances organiques polluées (huiles et HAP) [100]. En effet cette technique peut se deviser en deux types de phytoremédiation : la phytoextraction et la phytostabilisation :

La phytoextraction consiste à l'utilisation de ces plantes accumulatrices pour extraire les métaux lourds dans le sol et par la suite ces plantes doivent être détruit et éliminé, la technique de phytostabilisation consiste à travers ces plantes spécifiques de stabilisé les métaux lourds et empêcher tout sorte de dispersion de la pollution. La réussite du traitement biologique est conditionnée par les facteurs suivant :

- La température et l'humidité adéquates,
- La présence de nutriments et l'oxygène qui va alimenter le métabolisme de l'organisme vivant,
- Le type et le degré des contaminations de ces sédiments

Le Tableau I-12 ci-dessous illustre les avantages et les limites de chaque méthode

Tableau I-12 Traitement biologique des sédiments pollués [54]

Les traitements biologiques			
In situ		Hors site	
Avantage	Point faible	Avantage	Point faible
- Extraction d'une gamme variée de polluants - Solution environnement	- Application sur le terrain plus complexe - Aléas du terrain : composition et propriétés du terrain - Conditions climatiques (les fluctuations saisonnières affectent le métabolisme des microorganismes et la vie des plantes) - Teneur en oxygène dissous - Difficulté pour contrôler la réaction et les effets secondaires - Odeurs - Durée (plusieurs années) - Peu de connaissance sur les effets à long terme - Efficacité : contaminants : 50-80%	- Contrôle des paramètres (pH, éléments nutritifs, sels solubles) - Efficacité	- Possibilités d'émissions - Nécessité d'instruments de contrôle et de main d'œuvre qualifiée - Coût : 60-100 €/tms - Efficacité : Huiles 43% - Nécessité de grandes superficies. - Nécessité de remanier le sol régulièrement.

I.1.18.2. *Traitement physico-chimique*

Le traitement physico-chimique est principalement basé sur les réactions physico-chimique par ces différentes formes (adsorption/désorption, oxydation/réduction, échange ionique) afin d'extraire, transformer et détruire ou bien stabiliser les polluants. Plusieurs facteurs peuvent influencer l'efficacité du procédé:

- La nature et la concentration des polluants.
- La granulométrie des sédiments.
- La répartition des contaminants en fonction de cette granulométrie.

Le Tableau I-13 montre les points forts et les inconvénients des différentes techniques d'extraction des polluants

Tableau I-13. Les différentes techniques d'extraction des contaminants[101]

Technique d'extraction	Avantage	inconvénient
Acide : Il s'agit de déposer les sédiments dans un bain d'acide et de les mélanger à un agent chélatant. Le tout est alors décanté et les sédiments sont alors lavés à l'eau.	Extraction des métaux lourds	- Coûteux ($\approx 150 / m\epsilon^3$) - Peu recommandée si grandes teneurs en contaminants organiques - Efficacité : 70%
Procédé d'extraction naturelle	Procédé d'extraction naturelle	- Coûteux ($\approx 150 / m\epsilon^3$) - Efficacité : 70%

Lessivage : Utilisation d'eau et son action mécanique pour enlever les contaminants (PCB, dioxines, PAH, hydrocarbures) liés physiquement aux particules.	• Sédiments contaminés par des organiques • Sédiments à grains fins • Contrôle des émissions atmosphériques	• Coûteux ($\approx 120 / \text{m}^3$) • Lent • Lourds à mettre en œuvre
Décoloration : Remplacement des atomes de chlore des composés dangereux par des métaux alcalins.	• PCB et autres contaminants chlorés	• Nécessité de contrôles • Limité par la présence d'argiles • Ne traite pas les inorganiques
Flottation : Basée sur les différences de densité (les moins denses flottent à la surface et sont récupérées par écrémage) et le caractère hydrophobe et hydrophile des surfaces des solides.	• Technologie tirée de l'industrie minière • Concentre des contaminants inorganiques (cuivre, zinc...) et des organiques (HAP, PCB...) • Granulométrie de 0.2 à 0.005 mm • Faibles besoins en énergie	• Agent de conditionnement parfois nécessaire • Dépend de la granulométrie, peu efficace pour les argiles

I.1.18.3. *Traitement par stabilisation*

Il s'agit de piéger les contaminants dans la matrice solide pour qu'ils deviennent immobiles. L'efficacité de ce type de traitement nécessite des analyses à long terme. Le Tableau I-14 résume les différentes techniques utilisées.

Tableau I-14. les techniques stabilisations [101]

Les techniques de stabilisations			
Immobilisation		Inertage thermique	
• Solidification et stabilisation : Ajout de liant minérale ou organique qui se lient aux métaux lourds diminuant ainsi leur mobilité. Les principaux réactifs utilisés sont les liants hydrauliques tels que les ciments, la chaux, le carbonate de calcium et les polymères. • Vitrification : Elle consiste à fondre les fractions argileuses contaminées à une température supérieure à 1250°C et à les refroidir rapidement pour éviter la formation des structures cristallines non lessivables		• Désorption thermique • Incinération • Pyrolyse • Réduction thermique • Oxydation humide • Lit fluidisé • Bain sur sels fondus	
Points forts	Points faibles	Points forts	Points faibles
• Métaux lourds et hydrocarbures • Revalorisation possible : comme granulats pour la vitrification, et comme matériau de remplissage pour la solidification/stabilisation	• Coût (surtout pour la vitrification : 90- 130€/tms)	• Possibilité de revalorisation des produits contaminés	• coûteuse en énergie

I.1.19. Valorisation des sédiments

Chaque année plus de 440 millions de tonnes de granulats sont consommés en France (Figure I.26) dans le domaine de génie civil dont 323,7 millions granulats naturels, 321,5 millions de tonnes ces granulats sont principalement extraits de carrières et granulats marins et 2,2 millions ce sont des granulats importés de l'étranger [63]. Selon l'enquête « Déchets et déblais BTP » (EDD 2014) 121,5 millions est la quantité des granulats recyclés entrant dans les besoins de granulats en France dont 65,5 millions de tonnes issus des déchets inertes du BTP et 51,4 millions de tonnes qui représentent des granulats extraits et réemployés in situ.

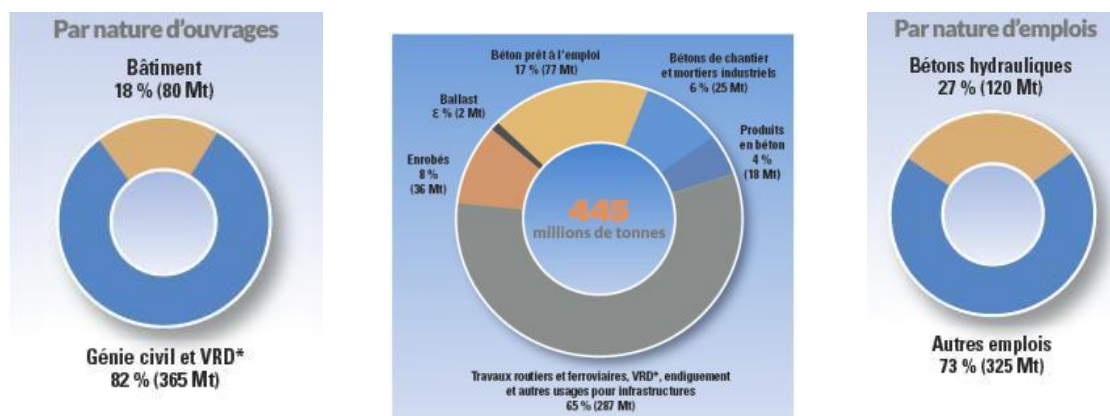


Figure I.26 Utilisation des granulats en France 2018 [55]

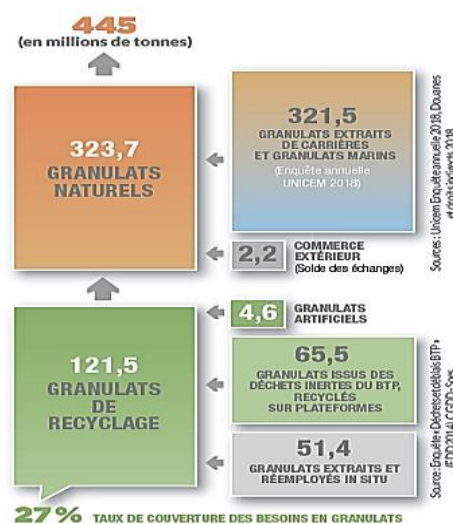


Figure I.27. Besoins de granulats en France [63]

Cependant les réserves naturelles des granulats sont de plus en plus difficile à exploiter à cause de :

- L'inaccessibilité et parfois sont intégrés dans des zones urbaines
- Classé dans des zones protégées
- Le coût élevé de l'exploitation
- Risque de l'impact environnemental

En raison de tous ces éléments, la valorisation des déchets de manière générale et des sédiments de dragage en particulier, devient une évidence pour les utiliser dans le domaine de la construction du génie civil. Etant donné que les sédiments sont considérés comme des déchets (décret N°2002-540 du 18 avril 2002), avant de les intégrer dans les filières de valorisation, il faut s'assurer qu'il soit inerte et non dangereux.

I.1.19.1. Valorisation de sédiments de dragage en technique routière

Le domaine de la construction routier est considéré comme le premier secteur du BTP qui consomme le plus de granulats en France, et aussi au niveau mondial. Ces dernières années plusieurs études ont été réalisées, notamment à l'école des Mines de Douai, pour voir le potentiel de valorisation des sédiments en technique routière. Ces travaux ont permis de réaliser la première route expérimentale d'un linéaire de 600m à base des sédiments marins issus du grand port maritime de Dunkerque (GPMD) [56](Figure I.28)



Figure I.28. Mise en œuvre de la route du Freycinet 12 à base de sédiments de dragage du GPMD[64]

I.1.19.2. Valorisation de sédiments de dragage en brique

Parmi les pistes les plus intéressantes dans valorisation des sédiments, la fabrication de brique en terre cuite (Figure I.29) qui est principalement composée d'argile et de sable. En fonction des caractéristiques physicochimiques et minéralogiques des sédiments de dragage l'objectif est de substituer une partie des argiles naturelle avec celle des fractions argileuses des sédiments. Les études menées par Samara [65] ont montrées et prouvées la faisabilité d'incorporation des sédiments fluviaux traités avec le procédé NOVOSOL.

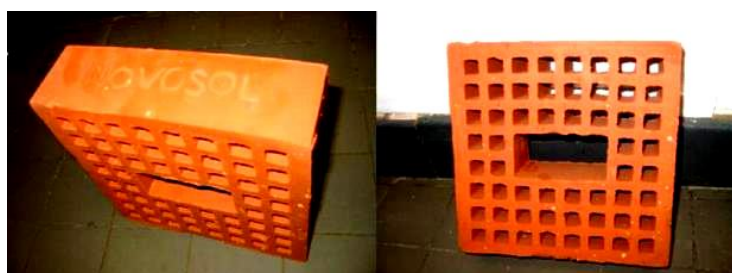


Figure I.29. Briques 22x22 cm produites avec un taux de substitution de 15 % de sédiment fluvial traité[65]

I.1.19.3. Valorisation de sédiments dégage dans les bétons

Une autre filière de valorisation des sédiments de dragage qui consiste à la substitution de la fraction sableuse dans des formulations de bétons. Les recherches menées par Zri [66] en 2009 ont permis de démontrer la faisabilité de valorisation des sédiments du grand ports maritime de Dunkerque dans les bétons de sable. En effet, cette étude a permis de définir des formulations de béton de sable avec des résistances à la compression allant jusqu'à 41MPa. Par ailleurs, des blocs en béton à base de sédiments (Figure I.30) ont été fabriqués dans le cadre des travaux de thèse de Achour [56], avec des taux de substitution du sable naturel par des sédiments allant jusqu'à 20%, tout en gardant des caractéristiques mécaniques acceptables pour l'application visée.



Figure I.30. Blocs de béton à base de sédiment ([56])

I.1.19.4. Valorisation des sédiments en granulats artificielles

L'augmentation de la demande sur les granulats en France dans le domaine de génie civil d'une part et la limite d'exploitation de la carrière, ont été le précurseur des travaux menés par Brakni en 2008 [7]. L'objectif de ces travaux était la confection de granulats artificiels à base des sédiments marins bruts du grand port maritime de Dunkerque (GPMD). Le procédé de fabrication consiste à introduire le matériau, traité aux liants hydrauliques, dans une extrudeuse à piston qui pousse le matériau vers l'extrémité sous forme d'un boudin (Figure I.31). Les granulats formulés ont été caractérisés selon la norme des granulats légers et les résultats ont démontrés la faisabilité de cette application. Néanmoins, cette application s'est avérée très couteuse au vu du taux de ciment utilisés dans les formulations, qui était de l'ordre de 50% de la masse sèche du matériau formulé.

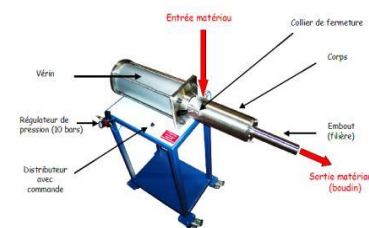


Figure I.31. Présentation du produit confectionné à l'extrudeuse [7]

I.1.19.5. Valorisation de sédiment en éco-paysager

Loin de valorisation des sédiments dans les applications de matériau de génie civil, une nouvelle piste a été mise en place ces derniers temps et qui concerne les Eco-paysages. Parmi les exemples qui ont montré l'efficacité de valorisation des sédiments une opération réalisée par HAROPA - Port de Rouen avec ses partenaires à Yville-sur-Seine [67] en aval de Rouen, a consisté à remblayer une ancienne ballastière avec des sédiments dragués afin d'améliorer la navigation des navires et créer en parallèle un paysage naturelle. Ce mode de gestion baptisé « les tas dans les trous » constitue une alternative astucieuse et très écologique au stockage à terre des sédiments dans des « chambres de dépôt ». Par ailleurs, des buttes paysagères ont été réalisées à proximité du grand port maritime de Dunkerque et qui ont été réalisées avec plus 10 000 m³ de sédiments marins de dragage. Ceci a permis de créer un meilleur aménagement urbain et de concevoir un environnement écologique.

I.2. Asphalte d'étanchéité (coulé)

I.2.1. Historique et définition

L'asphalte coulé est l'un des matériaux de construction les plus anciens au monde qui a continué à évoluer avec le temps, même dans le secteur de la construction de pointe. L'asphalte coulé est l'un des matériaux les plus importants et les plus utilisés dans le secteur des bâtiments et travaux publics, aussi bien dans la construction neuve que dans la rénovation, où une surface durable, lisse et sans joint est requise. Il offre une intégrité d'étanchéité totale pour la toiture et les réservoirs.

L'asphalte acquit sa nomination du terme akkadien « asphaltu » et fut adopté par les Grecs sous la forme de l'adjectif asphalte qui signifie durable. C'est le premier matériau de l'histoire qui a été employé dans l'étanchéité. C'était 5000 ans avant notre ère et la civilisation sumérienne ont utilisées l'asphalte à 3000 avant J.C sous forme d'un mortier et ce que l'on appelle aujourd'hui mastic d'asphalte [68].

Une révolution dans le domaine d'étanchéité remarquable par les babyloniens, 2000 ans avant notre ère où on trouve les voies carrossables édifiées en briques d'argile jointoyées à l'asphalte dans les jardins suspendus de Babylone. Il s'avère aussi que le prophète Noé a fait l'usage de l'asphalte pour assurer l'étanchéité de son arche.

Les recherches menées par l'ingénieur Léon Malon, en 1810 ont permis de découvrir l'asphalte moderne à base de poudre d'asphalte. Cette poudre d'asphalte est chauffée et parfois des granulats ajoutés puis compactés et mise en œuvre dans les chaussées, les ponts, les trottoirs. Le premier revêtement de chaussée avec de la poudre d'asphalte compacter avec le compacteur à cylindre c'était à la rue des bergères à Paris, puis suivi en 1855 par le premier trottoir pitonné à la gare du nord à Paris. À l'arrivée de l'automobile au début du 20^{ème} siècle en 1923 l'asphalte coulé « porphyré » a été employé et qui était assez proche de celui que l'on utilise de nos jours. Par la suite l'asphalte a

été utilisé la première application par finisseur à l'avenue de l'Opéra à Paris, puis dans l'autoroute en Allemagne. La première utilisation dans un projet autoroutier français remonte à 1971, sur l'autoroute A6 à hauteur de Lyon. Il existe deux groupes d'asphalte coulé, l'asphalte traditionnel et l'asphalte synthétique :

- **L'asphalte traditionnel** (naturel) : d'après la norme NF B 13-001 de décembre 1977 il se trouve dans la nature dans des minerais de roches calcaires imprégnées de bitume au moins 6%.
- **L'asphalte synthétique** : est obtenu à partir de bitume de pétrole et de fillers calcaires extrait de la roche calcaire.

En générale de l'asphalte coulé est une mass dense constituée de gravillons, et/ou de sable ou de calcaire finement broyé et/ou de fines et de bitume qui peut contenir des additifs [69]. La charge minérale est composée de façon à présenter des vides très faibles. L'asphalte d'étanchéité est appliqué à l'état chaud par épandage et ne nécessite aucun compactage.

La définition technique de l'asphalte coulé (MA) est un mélange dense constitué d'agrégats grossiers et/ou de sable, et/ou d'agrégats fins calcaires, et/ou de charges et de bitume, pouvant contenir des additifs (par exemple des polymères, des cires). Le mélange est conçu pour être à faible teneur en vide. La teneur en liant est tellement ajustée que les vides sont complètement remplis et que même un léger excès de liant peut se produire, ce qui rend le matériau auto-compactant [70].

Selon les dernières statistiques de l'association internationale de Mastic d'asphalte (IMAA) les principaux marchés européens sont l'Allemagne et la France. L'asphalte coulé n'est pratiquement pas utilisé aux États-Unis. Récemment, les marchés de l'asphalte coulé en Asie ont commencé à se développer. Les entreprises chinoises sont devenues membre de l'IMAA en 2014, 2015 et 2018. Le niveau de production total des membres de l'IMAA au cours des dernières années peut être décrit dans la Figure I.32:

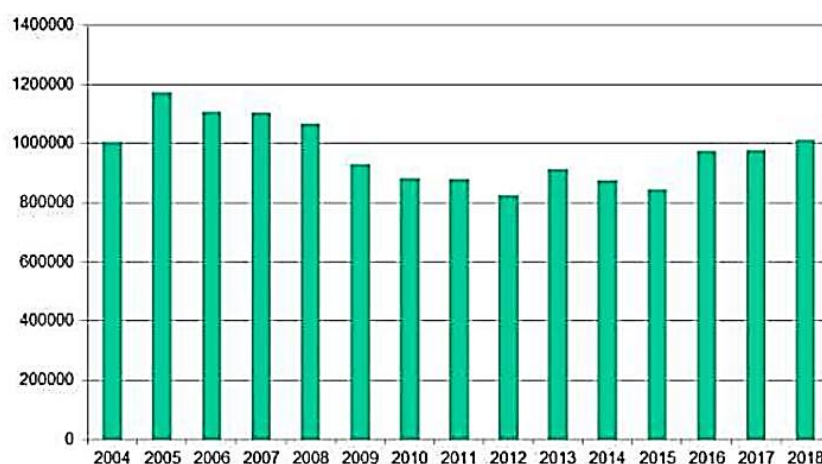


Figure I.32. Production de Mastic d'asphalte en Europe[70]

Principalement les domaines d'application des asphaltes coulé se partagent entre la construction routière dont les chaussées, les ponts, les romps des parkings et les chapes pour différent travaux bâtiments et aménagement extérieurs (Figure I.33).

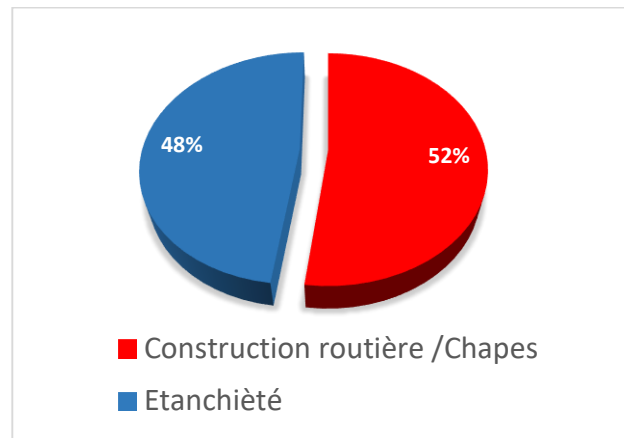


Figure I.33.Domain d'application du mastic d'asphalte[70]

I.2.2. Avantage de l'asphalte coulé

- **Durabilité**

- L'asphalte coulé est le premier produit d'étanchéité et de surfacage bitumineux existait.
- L'asphalte coulé a la capacité de durer jusqu'à 40 ans.
- Les polymères utilisés dans l'asphalte coulé améliorent l'élasticité par temps chaud et froid, ce qui contribue à maintenir son intégrité structurelle et sa durabilité.

- **Imperméabilité**

L'asphalte coulé n'est pas affecté par l'eau et fournit un matériau d'étanchéité et de mise en réservoir sans pareil et éprouvé.

- **Rentabilité**

- L'asphalte coulé dur plus longtemps que tous les autres matériaux bitumineux et n'a pas besoin d'être remplacé aussi souvent, retardant ainsi les coûts de remplacement onéreux pendant de nombreuses années.
- Très résistant aux perturbations et aux chocs grâce à ses propriétés viscoélastiques

- **L'apparence**

L'asphalte coulé peut également être résistant au carburant et aux acides et peut être nettoyé avec des jets d'eau à pression sans endommager la surface, contrairement aux autres matériaux de revêtement bitumineux, qui peuvent être endommagés par l'eau.

- ***Écologique***

- L'asphalte coulé est un produit potentiellement recyclable à 100%
- Pas de mesures de nettoyage spéciales et se nettoie facilement avec de l'eau (même à haute pression) et des produits de nettoyage
- Classé comme non toxique.

- ***Flexibilité de conception***

- L'asphalte coulé à l'état fondu peut être moulé à n'importe quelle forme irrégulière et être posé autour de toute obstruction in situ.

- ***Le temps d'application***

- L'asphalte coulé peut être posé rapidement sur de grandes surfaces.
- L'asphalte coulé peut être fournis sous forme de pain pour refondre la quantité requise sur site, avec un temps de refroidissement rapide, l'asphalte mastic devient une surface imperméable presque immédiatement.

- ***Plancher domestique et commercial***

- En plus d'une membrane hydrofuge éprouvée, l'asphalte coulé appliqué sur les sols domestiques constitue la base idéale pour les revêtements de sol lisses comme les tapis, le vinyle ou d'autres types de sols.
- Sa vitesse d'application et ses propriétés de refroidissement rapide permettent de remplacer les tapis et les meubles en quelques heures.
 - De nombreux pays européens rénovent leurs anciens immeubles et installent une isolation phonique sur leurs sols recouverts d'un nouveau revêtement de sol en asphalte coulé.

- ***Concevoir avec la couleur***

- Pour l'architecte ou le chef de projet, l'asphalte coulé offre une possibilité illimitée de possibilités de conception.
- Il peut être spécifié dans presque toutes les couleurs, textures et conceptions. C'est un choix idéal où l'esthétique générale doit être associée à une imperméabilisation ou à un pavage durable.

- **Santé et sécurité**
 - Contrairement aux pavés en briques et en blocs, l'asphalte coulé est appliqué dans un film continu sans joints, ce qui réduit les accidents tels que les glissades, les trébuchements et les chutes.
 - L'asphalte coulé fournit une surface antidérapante sûre pour les piétons et une chaussée antidérapante pour les véhicules.

I.2.3. Les applications de l'asphalte coulé

I.2.3.1. Tabliers de pont

Les revêtements des tabliers de ponts sont des structures avec une importance vitale dans la logistique. Ils doivent répondre à un grand nombre de conditions, telles que la stabilité et la résistance contre les déformations, rugosité, douceur, imperméabilité et le vieillissement, etc.[70]. De ce fait, l'asphalte doit résister à l'agression extérieure durant la durée de vie de la structure. Les revêtements en asphalte traditionnels ne peuvent pas être collés directement sur une base en béton ou en acier, et ils ne sont pas non plus imperméables, de ce fait une couche d'imperméabilisation intermédiaire est nécessaire. En règle générale, cette couche d'imperméabilisation doit recouvrir toute la surface du tablier du pont Figure I.34. En raison du possible fluage, de nos jours, des couches d'imperméabilisation doivent être placées pour adhérer complètement à la structure.



Figure I.34. Asphalte coulé dans le tablier du pont[71]

I.2.3.2. Revêtement de sol industriel

Utilisé souvent dans des applications industrielles telles que les surfaces de stockage (Figure I.35), les sols d'usine, etc. Dans ce cas l'asphalte coulé est mis en place sans collage avec une couche de séparation sur une épaisseur de 25mm pour les charges normales et à 35mm ou deux fois 25mm pour les charges lourdes. Pour les sols exposés à des produits chimiques, une composition d'asphalte coulé résistant aux acides est préconisée tel que l'utilisation des fillers siliceux au lieu ceux du calcaire.



Figure I.35.revêtement sol industrielle

I.2.3.3. *Construction de route*

C'est une couche de roulement en asphalte coulé (Figure I.36) utilisée dans certains pays européens tels que l'Allemagne, la Suisse, l'Autriche et d'autres pays dans les autoroutes à trafic lourd et intensif. Ce type d'asphalte a pour avantage sa capacité de supporter :

- Les influences météorologiques,
- Les voies de circulation spéciale et véhicule lourds
- Les sels de déglacages

Pour les couches destinées au trafic intense, une couche d'usure d'asphalte coulé d'une épaisseur de 25 mm est appliquée sur les couches de circulation normale à 40 mm. La composition dépend évidemment du type de trafic. Le contenu et le type de liant sont importants, généralement l'asphalte coulé peuvent être placé manuellement ou mécaniquement, avec des épanduses spécialement conçues, à l'épaisseur souhaitée. De plus, le revêtement en asphalte coulé est enduit pour offrir un cycle de vie important.



Figure I.36.Chausser avec l'asphalte coulé[70]

I.2.3.4. *Toitures - Parkings*

L'application de l'asphalte coulé sur les Toitures/parkings est la combinaison d'imperméabilisation et de chaussée. Ce sont évidemment les deux fonctions que doivent remplir les chaussées de parking sur les toits (Figure I.37). Il est donc plus judicieux de parler d'étanchéité directement transmissible.

Les systèmes les plus appliqués sont mis en place comme suit :

- Une couche d'étanchéité bitumineuse (feuille)
- Une couche d'asphalte coulé

La composition en asphalte coulé doit être choisie de manière à ce que le revêtement résiste à toutes les conditions météorologiques (très froid en hiver et très chaud en été), en garantissant à tout moment les caractéristiques d'étanchéité et de circulation.



Figure I.37. Toiture parking et ouvrages d'art [72]

I.2.3.5. *Constructions hydrauliques*

L'asphalte coulé est déjà été appliqué avec succès en tant que mélange de coulée pour lier des moellons disposés sur les rives du canal, les rives des rivières et les rives de la mer. Lorsque il est placés sur la structure de base de la digue en posant de gros moellons pour protéger les rives, ces pierres doivent être sécurisées afin de résister aux influences du niveau de l'eau changeant et du temps éventuellement[70] et comme l'asphalte coulé est raisonnablement fluide à la température de traitement, la plupart des vides entre les gravats sont comblés. Les pierres ainsi liées sont non seulement collées les unes aux autres, mais avec des dosages appropriés, la construction de la digue est également scellée contre les entrées d'eau.

I.2.3.6. *Etanchéité réservoir*

L'asphalte coulé offre une doublure imperméable continue aux réservoirs, aux murs, aux sols et à la fondation, afin de protéger les structures contre l'eau du sol. Il est appliqué directement sur la surface supérieure d'une base en béton structural et sur la surface externe (réservoir externe) ou la surface interne des réservoirs (Figure I.38) des murs structuraux. Il est ensuite chargé de béton ou de briques et servira de doublure imperméable pendant toute la durée de vie de la structure.



Figure I.38. Asphalte coulé pour Bassin

I.2.3.7. Réparations de revêtement de chaussées

Durant la vie des chaussées, les conditions climatiques et de l'augmentation du trafic, provoquent des déformations qui peuvent provoquer des fissures qui apparaissent dans les revêtements en asphalte. Si celles-ci ne sont pas réparées à temps, des dommages plus importants se produisent et peuvent engendrer des dégradations plus importantes des chaussées (Figure I.39).

La technique de réparation à l'aide d'asphalte de réparation est la méthode recommandée pour réparer les fissures, les trous, l'effritement de la surface, les irrégularités, les ornières, entre autres. L'asphalte coulé permet de réparer durablement, à coûts limités et moyennant une perturbation minimale du trafic dans un délai d'exécution très court. Ce type d'entretien permet également de supprimer toutes les sources d'insécurité routière et prolongera la durée de vie structurelle de la chaussée [70]. La solution de réparation est plus avantageuse d'un point de vue économique par rapport à la rénovation totale de la chaussée.



Figure I.39. Réparations à l'asphalte coulé [73]

I.2.3.8. Travaux de revêtements piétonniers et pistes cyclables

L'asphalte coulé est un matériau aussi adapté aux travaux urbains et peut présenter une valeur ajoutée. En effet ces propriétés et ces possibilités de coloration et de combinaison avec d'autres matériaux naturels, les pistes cyclables et les chemins piétonniers sont essentiellement réalisés avec de l'asphalte coulé, et permet d'avoir aussi l'aspect esthétique à ces revêtements (Figure I.40)



Figure I.40. pistes cyclables à l'asphalte coulé [74]

I.2.4. Composition de l'asphalte coulé

I.2.4.1. Liant bitumineux

Le terme «asphalte» (bitume) est utilisé à la fois dans la description de l'asphalte artificiel obtenu lors du traitement du pétrole (dit bitume de pétrole, bitume raffiné), ainsi que dans les ressources brutes sous forme de gisements naturels (Figure I.41) [75]. L'asphalte naturel est composé de substances organiques et minérales avec de l'eau [76] et selon la norme européenne EN 12597, L'asphalte naturel est relativement dur, se trouve dans des dépôts naturels et est souvent mélangé à un matériau minéral fin ou même très fin, qui apparaît généralement sous forme solide à une température de 25°C et aussi visqueux liquide à 175°C.

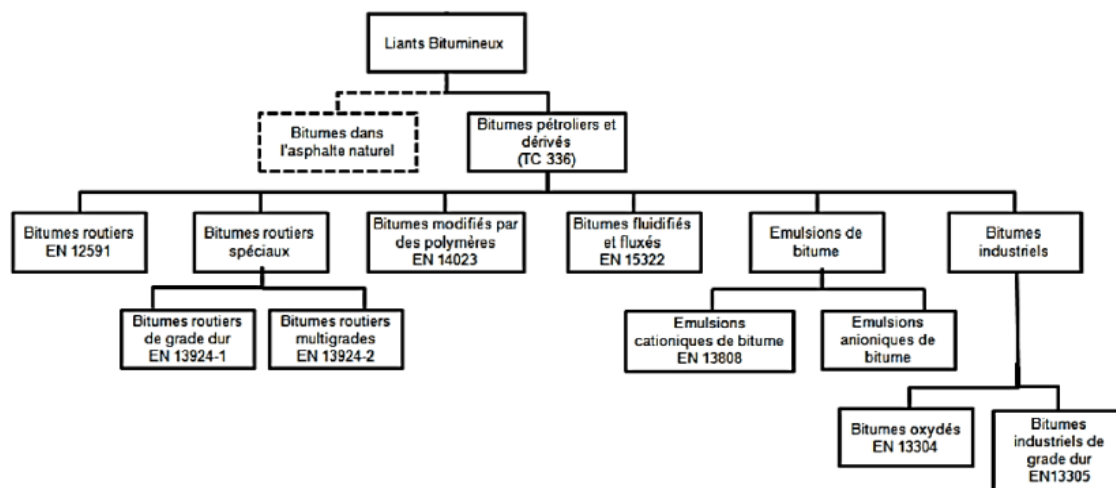


Figure I.41. Terminologie des liants bitumineux [75]

I.2.4.2. Classification des bitumes naturels

Selon les travaux de Marcin Bilski et Moore [76],[77], il classifie les asphaltes naturels selon leur aptitude de solvabilité à CS_2 et aussi selon l'origine de chaque type d'asphalte (Figure I.42)

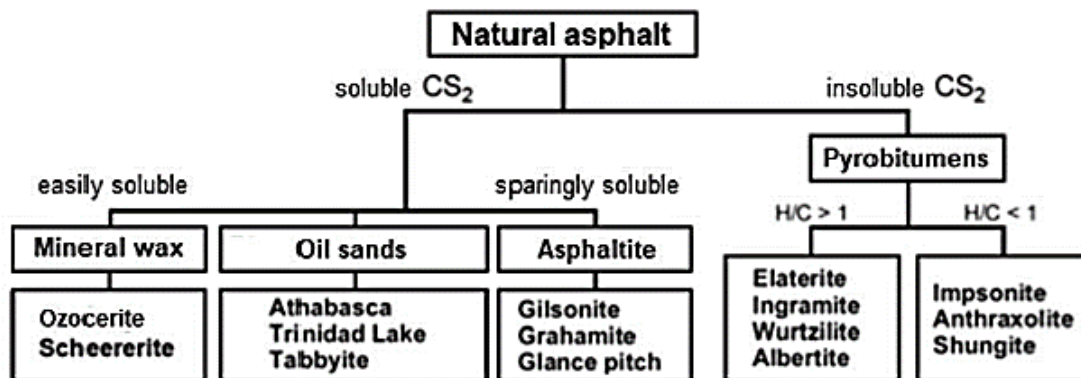


Figure I.42. Classification de l'asphalte naturel [76]

- **Pyrobitumen**

La pyrobitumen est un groupe de l'asphalte naturel insoluble dans le carbone di-sulfate. Il se caractérise par leur rapport atomique de l'hydrogène et le carbone et selon ce rapport on distingue deux groupes, « Elaterite » qui contient le taux d'hydrogène supérieur à celle du carbone, il montre une qualité élastique avec une couleur noire, le deuxième groupe où le taux d'atomes de carbone est supérieur à celui de l'hydrogène, comme l'Impsonite ou la Pyrobitumen se trouve généralement aux Etats Unis, Argentine et Chine, et est utilisé comme un matériau d'étanchéité dans les réacteurs nucléaires et aussi dans la production des pigments noirs [76].

- **Cire minérale**

La cire minérale fait partie de la famille soluble dans le C_2S (Carbone di-sulfate) et contient principalement le minéral cire qui ressemble au pyrobitumen dans les caractéristiques physiques. Cependant il est différent de la pyrobitumen par la présence de la paraffine cycloalkanes. De plus la composition de ces matériaux contient de l'ozocérite. Ces matériaux se trouvent généralement en Ukraine, dans la région de Boryslav. En raison des propriétés de raidissement découlant de leurs processus de vieillissement, les additifs synthétiques ou paraffinés naturels sont rarement utilisés comme agents de modification du bitume routier [76].

- **Sable bitumineux**

Les sables bitumineux sont des roches qui contiennent des agents très visqueux de mélange hydrocarbonés. Ils sont récupérés dans leur état naturel au moyen du forage d'un puits de pétrole classique. Les dépôts de grès ou de calcaire sont généralement des réservoirs pour le pétrole brut lourd sous forme solide ou semi solide. Le processus de récupération du sable bitumineux naturel dépend dans une large mesure de la composition des sables et nécessite généralement l'utilisation

de températures élevées pour séparer les composants. En raison des grandes difficultés liées à l'obtention de bitume naturel pur et d'une très grande diversité de sables bitumineux, de nombreux gisements ne sont pas exploités de manière industrielle [76][78]. Les gisements de sables bitumineux les plus connus sont : Athabaska (Canada), Bermudez Pitch Lake (Venezuela), Selenizza (Albani), Trinidad Pitch Lake (Trinidad and Tobago), Tabbyite (USA).

I.2.4.3. Bitume pétrolier

Le bitume pétrolier est principalement obtenu par distillation sous vide de pétrole brut. Plus le pétrole est brut et lourd, plus il est riche en bitume. Il comprend la fraction non distillable, souvent techniquement appelée résidu (Figure I.43)[79]. Selon la définition de l'ouvrage « The Shell Bitumen Handbook » le bitume pétrolier est un produit hydrocarboné obtenu en retirant les fractions les plus légères telles que le gaz de pétrole liquéfié, l'essence et le diesel, du pétrole brut au cours du processus de raffinage [80]. Dans sa forme la plus simple, la fabrication du bitume consiste à séparer les fractions les plus légères et à faible point d'ébullition du pétrole brut, ce qui donne un produit à point d'ébullition élevé, à poids moléculaire élevé et à très faible volatilité. Les propriétés et la qualité du bitume dépendent principalement du ou des pétroles bruts utilisés dans sa fabrication. Plusieurs méthodes de fabrication sont disponibles pour produire des bitumes en fonction de la ou des sources brutes et des capacités de traitement disponibles au sein d'une raffinerie et souvent, une combinaison de procédés est sélectionnée.

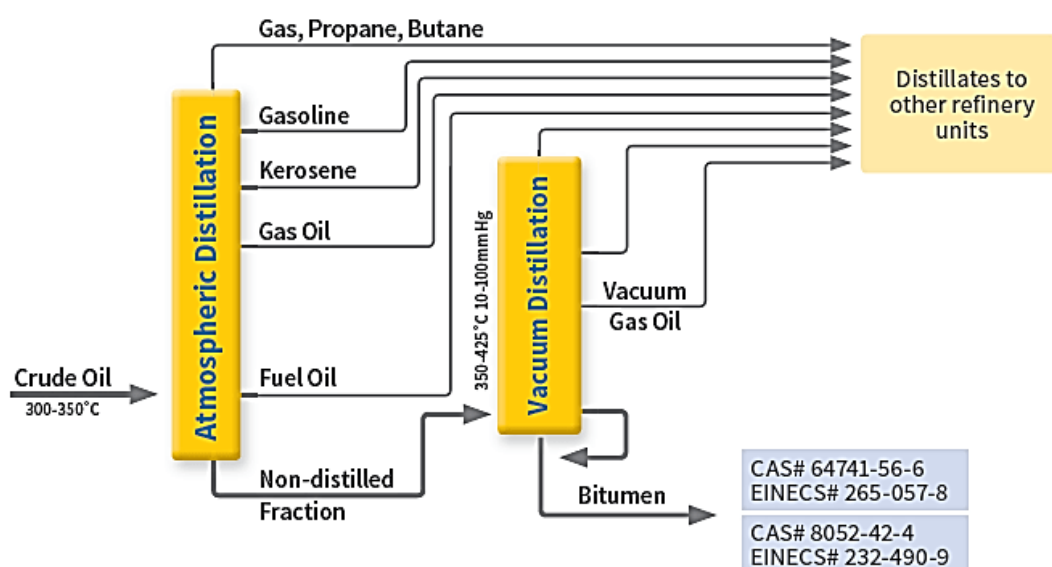


Figure I.43. Schéma de principe du processus de distillation [79]

I.2.4.4. Composants du bitume

Diverses techniques analytiques ont été développées pour l'identification et la quantification de chaque molécule dans les fractions à bas point d'ébullition du pétrole. Cependant, le nom de pétrole ne décrit pas une composition de matière mais plutôt un mélange de divers composés organiques qui comprend une large gamme de poids moléculaires et de types moléculaires qui existent en équilibre les uns avec les autres [81]. Ainsi, les recherches sur le caractère du pétrole se sont concentrées sur l'influence de son caractère dans les opérations thermiques et l'effet de la composition fractionnée. Cependant, la composition fractionnelle du pétrole varie considérablement avec la méthode d'isolement ou de séparation, ce qui entraîne des complications potentielles dans le choix des schémas de traitement appropriés pour ces charges d'alimentation. Mais, en général, le pétrole peut être défini de trois ou quatre fractions générales classées en fonction de leur solubilité : asphaltènes, résines saturés et aromatiques (Figure I.44).

Les asphaltènes sont des produits insolubles qui se représentent sous forme solide et de couleur noire. Les asphaltènes se cassent à point de ramollissement élevé. En effet, plus les asphaltènes sont présents dans le bitume plus il est dur. Cependant, la fraction soluble dans le bitume brut (heptane) correspond au maltènes qui peut se séparer en trois phases. Le bitume de distillation se présente comme un système colloïdal dans lequel les asphaltènes constituent les micelles, tandis que les huiles représentent la phase inter micellaire (Figure I.45).

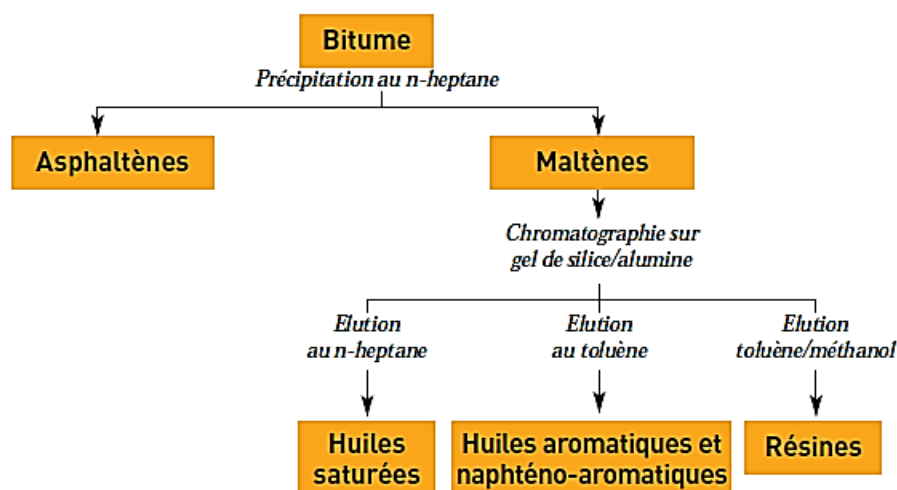


Figure I.44. Schéma fractions de bitume [82]

Les asphaltènes sont généralement responsables de la viscosité et de propriétés d'adhésivité lorsque la température varie. Les asphaltènes sont des éléments hydrocarbonés constitués de $(83 \pm 3) \%$ de carbone et $(7,3 \pm 0,2) \%$ d'hydrogène. Le rapport H/C (H : hydrogène et C : carbone) proche de 1, permet de caractériser la présence de cycles aromatiques condensés. L'azote, l'oxygène et le soufre sont trois éléments qui contiennent les molécules d'asphaltènes [83]. Les viscosités des saturés des

aromatiques et des résines dépendent de la distribution des poids moléculaires et de l'interaction entre les molécules. Plus le poids moléculaire est élevé plus le degré d'interaction est élevé, et plus la viscosité est élevée.

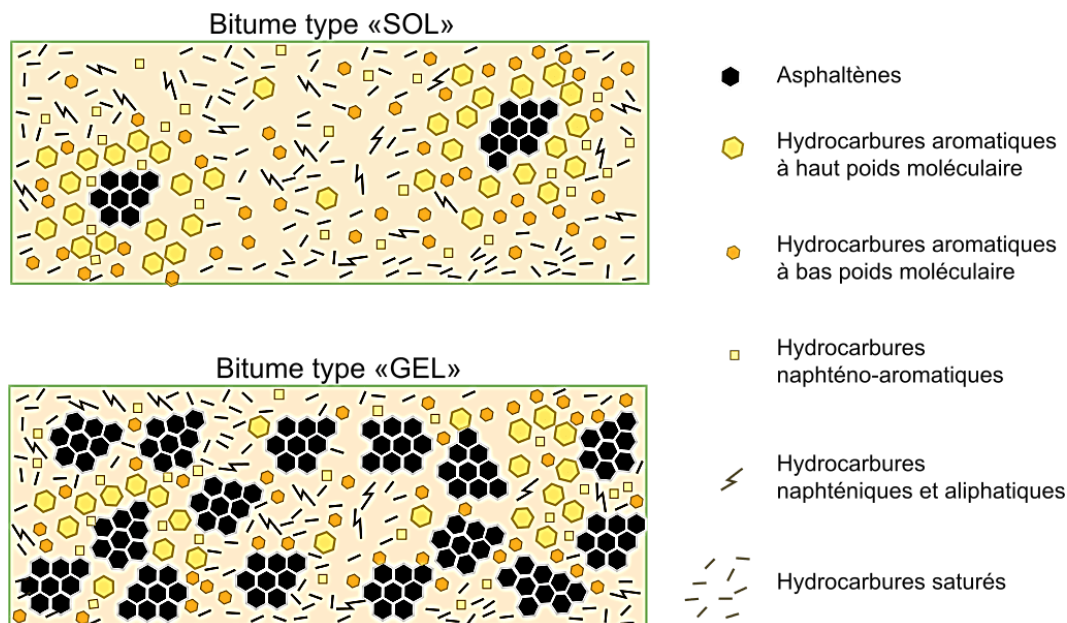


Figure I.45. Représentation schématique des deux types de structures de bitumes [82]

I.2.4.5. Type des bitumes

- Les bitumes oxydés ou bitumes soufflés, destinés à l'usage industriel : ce bitume est issu d'un procédé de soufflé d'air dans une charge composée, principalement c'est de distillats et d'autres produits lourds provenant de la distillation sous vide à une température moyenne de 280°C°. La réaction est plus ou moins exothermique [84],[82].
- Les bitumes spéciaux généralement ont des caractéristiques bien définies afin de répondre à un certain besoin du client et le rendant fonctionnelle pour certaines exigences plus rigoureuses surtout dans les applications routières ou industrielles spécifiques. [82]

Les bitumes modifiés sont des bitumes dont les propriétés rhéologiques ont été modifiées pendant le procédé de fabrication par l'ajout d'un ou plusieurs agents chimiques « émulsifiants » qui sont des chaînes hydrocarbonées hydrophobes et une tête polaire hydrophile de charge positive, qui leur donne l'aptitude d'agents tensioactifs. Quatre catégories de tensioactifs sont présentées : anionique qui porte une charge négative, ionique qui porte une charge positive et les amphotères ou il partage.

- Les deux charges ainsi que les non ioniques (groupes d'oxyde d'éthylène).
- Les additifs peuvent être classés en deux catégories principales selon leurs effets sur le liant bitumineux :

- **LES THERMODURCISSABLES** : Parmi les quatre grandes familles industrielles de résine thermodurcissable, deux seulement utilisées pour les liants modifiés ; les résines époxy et les polyuréthannes.
- **LES THERMOPLASTIQUES** : on distingue deux types des thermoplastiques, les homopolymères et copolymères.

I.2.4.6. *Essais de caractérisation des bitumes*

Comme une grande variété de bitumes est fabriquée, il est nécessaire d'avoir des tests pour les caractériser. Dans plusieurs pays, les deux tests souvent utilisés pour spécifier différentes qualités de bitume sont le test de pénétration à l'aiguille et le test de point de ramollissement. Bien qu'il s'agisse de tests empiriques, il est possible d'estimer d'importantes propriétés techniques à partir de ces résultats, notamment la viscosité à haute température et le module de rigidité.

I.2.4.6.1 *Détermination de la pénétrabilité à l'aiguille*

Ce test permet de déterminer la consistance des bitumes et des liants bitumineux, et est mesurée par le test de pénétration (Figure I.46) (ASTM D5 (ASTM, 2013a) ou EN 1426 (BSI, 2007a)). Dans cet essai, une aiguille de dimensions spécifiées est utilisée pour pénétrer dans un échantillon de bitume, sous une charge connue à une température fixe pendant une durée connue[80]. La pénétration est exprimée comme la distance en déci millimètre (1dmm=0.1mm). Dans la norme, la charge appliquée est de 100g, la durée de chargement de 5s et la température d'essai est de 25°C. La moyenne des trois mesures doit être effectuée et enregistrée.

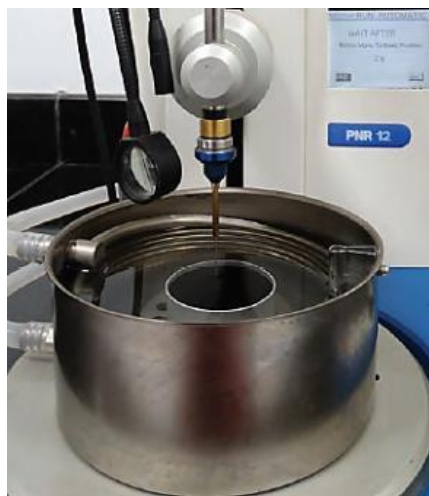


Figure I.46. Essai de pénétrabilité à l'aiguille [80]

La dureté du bitume est mentionnée à partir des résultats du test de pénétrabilité. En effet, plus le bitume est dur plus la valeur d'enfoncement de l'aiguille est faible, plus la valeur de pénétration est élevée, plus le bitume est mou. Il est nécessaire que l'essai soit réalisé avec une grande attention car les résultats sont très sensibles :

- Mauvais échantillonnage et préparation des échantillons
- Appareils et aiguilles mal entretenus
- Température et synchronisation incorrectes.

Les bitumes mous nécessitent des aiguilles plus longues et des godets plus profonds.

I.2.4.6.2 L'essai du point de ramollissement

Le point de ramollissement est une propriété essentielle pour déterminer la consistance d'un grade de pénétration selon ASTM D36 ou EN 1427. L'appareil doté d'une bille d'acier est placé sur un échantillon de bitume contenu dans un anneau en laiton (Figure I.47), et l'ensemble est ensuite suspendu dans un bain (sous forme de bécher en verre) contenant de l'eau ou de la glycérine

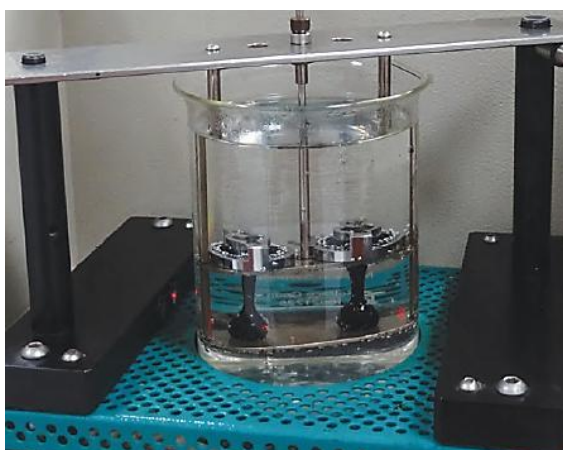


Figure I.47. Appareil Bille et anneau [80]

Pour des points de ramollissement compris entre 28 et 80°C en utilisant de l'eau fraîchement bouillie (environ 80°C), la température initiale du bain doit être de 5°C. Pour les points de ramollissement supérieur à 80°C et jusqu'à 150°C [80][85], en utilisant du glycérol avec une température initiale du bain autour de 30°C, la température du bain est élevée à 5°C par minute, et le bitume se ramollit et finit par se déformer lentement avec la bille à travers l'anneau. La température de ramollissement est la température indiquée par le thermomètre au moment où le bitume entourant la bille touche la plaque inférieure 25 mm en dessous de l'anneau. L'essai doit être répéter si l'écart entre les deux températures dépasse 1°C pour les points de ramollissement inférieur à 80°C, ou 2°C pour des points de ramollissement supérieur à 80°C.

I.2.4.6.3 Point de rupture Frapas

L'essai de point de rupture (Frapas.1937) montré dans la Figure I.48 est un essai qui peut être utilisé pour déterminer le comportement des bitumes à très basse température jusqu'à -30°C . L'essai est effectué principalement pour déterminer la température à laquelle le bitume atteint une rigidité critique qui est traduit par sa fissuration[80]. L'essai commence 30min à 240min après que la lame a été recouverte de liant bitumineux en débutant à une température d'au moins 15°C au point de fragilité présumé [86]. Le moment d'une apparition de la première fissuration on note le point de fragilité Frapas dont l'écart entre deux essai ne doit pas dépasser les 2°C .



Figure I.48. L'essai du point de rupture Fraass[80]

I.2.4.6.4 Essai de vieillissement

L'essai RTFO consiste à simuler le vieillissement à court terme qui se produit dans le bitume durant la confection des mélanges d'asphalte. La méthode consiste de verser le liant dans des bouteilles qui vont être placées par la suite dans un rack met dans un four à tirage forcé (Figure I.49). La température est fixée de 163°C pendant 75minutes [87]. Le rack ou le plateau porte échantillon tourne verticalement exposant en continu l'asphalte frais un jet d'air pour accélérer le processus de vieillissement. Généralement, après l'essai on refait les mesures de viscosité ou la pénétration à l'aiguille pour comparer avec le liant non conditionné.

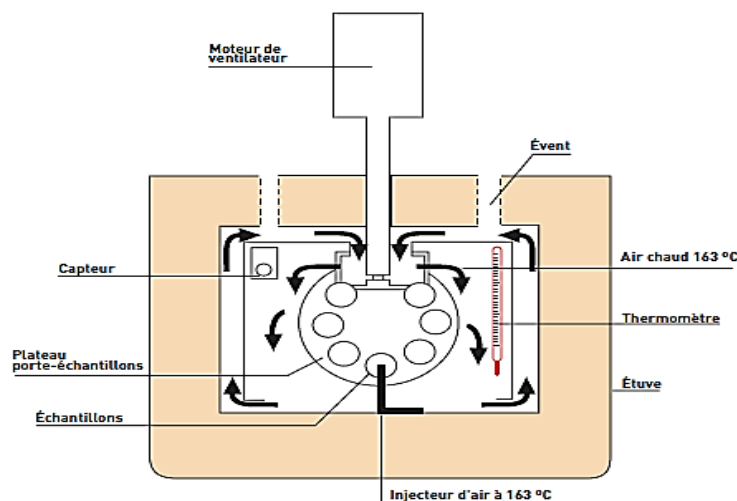


Figure I.49. Schéma de l'essai de vieillissement (RTFOT)[82]

I.2.4.6.5 Essai de viscosité

La mesure de la viscosité peut s'effectuer par différentes méthodes, le viscosimètre rotatif basé sur le principe selon lequel le couple requis pour faire tourner un objet dans un fluide à une certaine vitesse en fonction de la viscosité de bitume. Les viscosimètres rotatifs sont normalement utilisés pour déterminer la viscosité des bitumes à la température d'application suivant la norme EN NF 13302[88][80]. Le viscosimètre Brookfield est largement utilisé Figure I.50, constitué d'une enceinte thermo statée contenant un échantillon de bitume chaude. Le couple nécessaire pour faire tourner la broche est mesuré et converti en viscosité du bitume (en Pa. s) et la viscosité rotationnelle du bitume est généralement déterminée à $T = 135\text{ }^{\circ}\text{C}$ ou $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, mais avec ce type d'appareil, la viscosité peut être déterminée sur une plage de températures relativement large (c.-à-d. entre 120 et $180\text{ }^{\circ}\text{C}$).



Figure I.50. Viscosimètre rotatif[80]

I.2.5. Formulations des asphaltes coulés d'étanchéité

Les asphaltes coulés comprennent trois catégories : asphalte d'étanchéité, asphalte de voirie soumis au marquage CE et l'asphalte pour les sols intérieurs et usage spéciaux. Cependant l'asphalte coulé de type étanchéité et selon le cahier des charges fascicule 10 de l'office des asphaltes et la norme européenne NF EN 12970 peut se diviser en trois types comme suite :

- **Asphalte pur (AP)** (mélange de bitume et granulats 0/2mm fillers inclus)
 - **AP1** : qualité étanchéité bâtiment,
 - **AP2** : qualité étanchéité parc (pour les parkings),
 - **AP5** : qualité étanchéité jardin.

Asphalte sablé (AS) (mélange de bitume et granulats 0/4mm fillers inclus)

- **AS1** : qualité étanchéité bâtiment,
- **AS2** : qualité étanchéité parc.

- **Asphalte gravillonne (AG)** (qui contient une proportion assez Importante de porphyre)
 - **AG1** : qualité étanchéité bâtiment.
 - **AG2** : qualité étanchéité parc.
 - **AG5** : qualité étanchéité jardin.

En général les formulations d'asphalte coulé sont composées d'un squelette granulaire, ci-dessous les principaux granulats minéraux utilisés dans les formulations d'asphalte :

- **Granulats**

D'après la norme NF EN 12970 Déc. 2000, l'asphalte coulé peut se composer de différent composé granulaire du filler calcaire, sable et des porphyres. Cependant on distingue deux groupes de l'asphalte coulé, le mastic d'asphalte qui présente la charge minérale de fine granularité (filler calcaire –poudre d'asphalte naturel) avec le bitume, et le deuxième groupe qui sont l'asphalte coulé sablé et gravillonné dont les dimensions des granulats sont supérieures à 2 mm

- **Calcaire broyé**

La formulation de ce type de matériaux exige des fillers calcaires naturels issus de la roche calcaire naturel qui doit présenter une teneur en carbonate de calcium [89], ces granulats fins doivent être substantiellement retenue au tamis de 0.063mm et la large fraction passe au tamis de 2.00mm. Les fillers introduits dans les asphaltes coulés doivent aussi remplir certaines propriétés (Tableau I-15)

Tableau I-15 Essai recommandé pour filler d'asphalte

Titre de l'essai	Référence	Valeur conseillée
Porosité du filler sec compacté (Rigden)	NF EN 1097-4	V ≤ 40 %
Détermination du pouvoir absorbant	NF P 98-256-1	PA > 40 g
Détermination du pouvoir rigidifiant	NF EN 13179-1	8 °C ≤ Δ TBA ≤ 16 °C
Essai au bleu de méthylène	NF EN 933-9	MBf ≤ 10 g
Mesure de la surface spécifique Blaine	NF EN 196-6	≥ 2 000 cm ² /g ² ①
Volume apparent	Mode opératoire O.A.	entre 10 et 20
① L'écart type sur la production doit être < 350 cm ² /g.		

- **Granulats fin (sable)**

Dans le mélange de l'asphalte coulé de type sablé et gravillonné, les sables utilisés sont de granulométrie 0/2 ou 0/4 roulés. Ceci pour favoriser la coulabilité et maniabilité.

- **Gros granulats (porphyre)**

Les gros granulats utilisés dans les asphaltes coulés sont de type porphyre, généralement issus de roche massive. Il existe plusieurs diamètres du porphyre (2/4, 2/6, 4/6 et 6/10mm) et chaque classe granulaire correspond à une application bien définie et parfois deux classes granulaires de porphyres sont utilisés pour optimiser le squelette granulaire.

- **Additifs**

Selon le domaine d'utilisation, et les conditions d'application, on introduit des additifs au bitume ou au produit final (matrice d'asphalte), de plus, les additifs ne doivent pas présenter de nocivité pour l'environnement et l'aptitude de résistance à la température et aucune influence sur les propriétés de base des asphaltes coulé [89]. Parmi les additifs disponibles sur le marché : élastomère, polymère (en granulé, en poudre ou sous forme liquide), pigment, cires. La mise en place de ces additifs dans le mélange ou dans le bitume doivent avoir une répartition homogène afin d'avoir un mélange homogène par la suite

I.2.6. Conditionnement et stockage des matériaux

Les liants bitumineux sont conditionnés dans des citernes chauffées (Figure I.51), la température de chauffage varie selon le type de bitume qui ne doit pas dépasser les températures maximales listées dans le Tableau I-1616. Par ailleurs, les granulats de chaque fraction nominale doivent être stockés séparément dans des trémies. Pour les fillers siliceux, sont approvisionnés en sacs stockés sous abri. Concernant les fillers calcaires, ces derniers sont stockés en silos séparément des autres granulats

Tableau I-16. Température maximales de stockage des liants

Grade du liant (pénétrabilité en 1/10mm)	Température maximal (C°)	Grade du liant (pénétrabilité en 1/10mm)	Température maximal (C°)
160/220	170	30/50	190
100/150	170	30/45	190
70/100	180	20/30	200
50/70	180	10/20	220
40/60	180	6/12	220
35/50	190	Asphalte naturel	190



Figure I.51 (à droite) Silo filler de calcaire (à gauche) citerne de bitume chauffée (Nord Asphalte)

I.2.7. Fabrication de l'asphalte coulé

La procédure de fabrication est une étape cruciale afin d'avoir un bon mélange, les quantités de granulats et en liant doivent être mélangées et associées suivant des exigences spécifiques en fonction des applications. Aussi la durée du malaxage qui doit être parfaitement homogène. Il y a tout une installation pour effectuer la fabrication des asphaltes d'étanchéité; les équipements de cette installation sont :

- Sécheur pouvant porter les granulats à haute température
- Dispositif de stockage calorifugé
- Dispositif de dosage et d'introduction des granulats et du liant
- Dispositif d'introduction des additifs
- Malaxeur à double enveloppe chauffée.

On distingue deux types de fabrication de l'asphalte coulé en usine, il s'agit de la fabrication discontinue et contenu.

I.2.7.1. Fabrication discontinue en pétrin

Dans ce type de fabrication on peut utiliser la poudre d'asphalte naturel et notamment le bitume de pétrole, dans le cas d'instruction de la poudre d'asphalte naturel, il faut respecter l'ordre de versement sachant que le bitume d'ajout est le premier qui doit être introduit dans le pétrin Figure I.52, ils viennent ensuite la poudre d'asphalte, le sable et les porphyres dans des proportions spécifiques à la formulation appliquée, le processus de fabrication dure quelque heures (de 4 à 8h en fonction de l'humidité des composants[90].

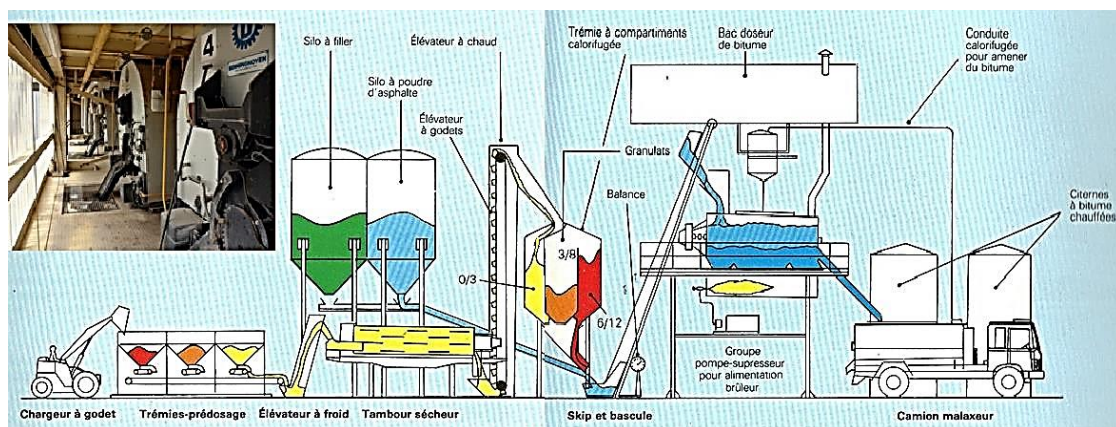


Figure I.52.fabrication en pétrin discontinue [91]

I.2.7.2. Fabrication continue en malaxeur rapide

Dans ce type de malaxage seul l'opération de malaxage diffère (Figure I.53) et la dure environ deux minute, mais ne convient pas à la poudre d'asphalte, en effet le type de malaxeur est le même que celui utilisé pour la production de l'enrobé, un malaxage complémentaire dans les camions porteurs est nécessaire et même obligatoire avant la mise en œuvre.

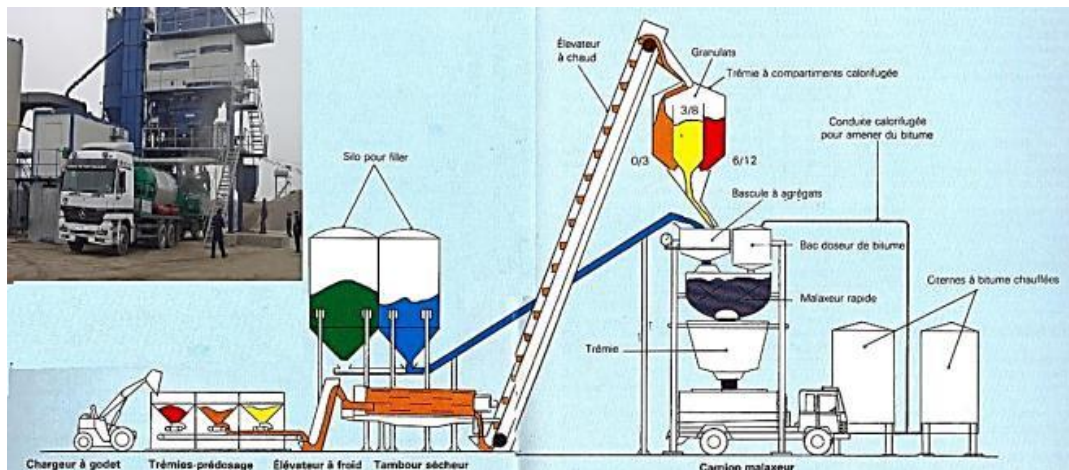


Figure I.53. LA fabrication continue en malaxeur rapide [92]

I.2.8. La température de malaxage

Selon la norme NF EN 12970 la température maximale de malaxage varie selon le type d'asphalte coulé en lien avec le grade de bitume utilisé. Les températures de malaxage des mastics coulés et asphaltes coulés sont présentés dans le Tableau I-17. Pour l'asphalte coulé fabriqué avec le bitume de grade 35/50 une température maximale est de 230°C. Les limites de température de malaxage ne doivent pas dépasser les seuils afin d'éviter la perturbation des propriétés rhéologiques des bitumes.

Tableau I-17. température maximales de malaxage des asphaltes coulé

Grade de liant (pénétrabilité en 1/10 mm)	Mastic d'asphalte coulé (C°)	Asphalte coulé à gros granulats (C°)
50/70	220	240
40/60	230	240
35/50	230	250
30/50	230	250
30/45	230	250
20/30	240	250
10/20	240	250
Asphalte naturel	240	250

I.2.9. Le transport de l'asphalte coulé

Des camions malaxeurs modernes qui peuvent maintenir la température du mélange et le transporté de l'usine jusqu'au chantier. Les camions ont une capacité qui varie de 6 à 22 tonnes. On distingue deux types malaxeur : le malaxeur à axe horizontal et le malaxeur à axe vertical et qui présente

l'avantage d'effectuer les maintenances par le haut (Figure I.54). Les malaxeurs à axe vertical exigent une orientation judicieuse des palettes pour diminuer le risque de décantation du matériau.



Figure I.54 (à droite) malaxeurs à axe vertical (à gauche) Malaxeurs à axe horizontal

I.3. Différents types de déchets utilisés dans les mélanges bitumineux

Le filler est défini comme étant une charge minérale inerte dont la majorité de la taille de ces grains est inférieure à $80\mu\text{m}$ utilisé dans les mélanges hydrocarbonés et qui peut jouer plusieurs fonctions, dont la principale est celle de remplir les vides entre les granulats grossiers, ce remplissage permet d'augmenter la densité du mélange bitumineux, l'insuffisance des fillers dans la matrice hydrocarbonée augmente la teneur en vides et adoucit la matrice, en revanche l'excès de l'introduction de ces fillers peuvent entraîner des fragilités qui conduisent à la fissuration. L'intention d'introduire les fillers dans les matrices hydrocarbonées remonte à 1890, et cette époque seuls les fillers à base de carbonate de calcium soient utilisés.

La croissance des activités industrielles de divers secteurs conduits à la production d'énormes quantités de déchets, désormais plus de 1,3 milliards de tonnes de déchets solides ont été déclarés et peuvent passer à 2,2 milliards de tonnes d'ici 2025 [8] et d'autre part à cause de la pénurie de la matière première et la limite d'exploitation des minières de la roche causée par les lois de préservation de l'environnement, ces arguments sont suffisants pour l'obligation d'introduire ces déchets dans les matrices hydrocarbonées devient primordiale. A cet effet plusieurs études ont engagé d'utiliser d'autres alternatives afin de trouver la faisabilité et les meilleures possibilités d'incorporer ces déchets minéraux dans les matrices hydrocarbonées. Actuellement, les différents déchets employés dans les mélanges bitumineux sont : Les cendres volantes, cendre de bassin, déchets de pierre, cendre de sciure, cendre d'écorce de riz, boue des centres d'épuration, poussière céramique, poussière de marbre, poudre de verre, cendre de charbon, poudre de la brique rouge, déchets de vernis vitrifiés et les sédiments de dragage.

I.3.1. Cendres volantes

Les cendres volantes sont des sous-produits minéraux obtenus après la combustion de charbon pulvérisé dans des centrales thermiques afin de produire l'électricité. Les cendres volantes sont riches en silice, en alumine et en chaux, ce qui peut améliorer l'adhérence des agrégats de bitume, les particules ont la forme sphérique avec un comportement hydrophobe.

Dans la littérature, l'incorporation des cendres volantes dans les bétons bitumineux fournit un véritable gain économique notamment pour la stabilité équivalente et leurs durabilités en fatigue. Dans les travaux de Ahmed Faheem et Konstantin Sobolev (2016)[9], on a étudié l'incorporation des cendres volantes dans les formulations d'asphaltes. Ils ont pu démontrer que la morphologie sphérique des cendres volantes empêche la fissuration de la matrice de bitume et augmente le module du cisaillement comparé à celui de bitume ordinaire. De même, les cendres volantes améliorent la maniabilité et la compacté du mélange à des températures comprises entre 110°C et 85°C. Ceci peut réduire l'énergie nécessaire lors du malaxage ce qui peut avoir un effet positif sur l'aspect économie.

Vishal Sharma¹et Satish Chandra[10] étudier indique que le taux optimal de l'incorporation est de 7% donne des meilleurs propriétés physiques et rhéologiques et qu'à partir de cette valeur les matrices peuvent entraîner des complications de maniabilité.

Mistry et al (2016) [11] ont étudié la faisabilité de l'incorporation des cendres volante dans les mélange d'asphalte en tant que filler dont le taux de substitution est varié de 2 jusqu'à 8%, les résultats de stabilité optimale étaient enregistrés pour les mélanges qui ayant une teneur de 4% de cendre volante. De plus les travaux de Bautista[12] étudiait les performances rhéologiques des matrices hydrocarbonées à base des cendres volantes ont confirmé que l'utilisation de 15% ce type de déchet améliore la résistance à la déformation permanente. Yoo et al [13] ont montré l'efficacité des cendre volante en tant que filler dans les bétons bitumineux et révèlent la résistance à l'endommagement par l'humidité et que les mélanges à base des cendres volantes résiste mieux à la fissuration par fatigue.

I.3.2. Cendre d'écorce de riz

L'écorce de riz (HR), un déchet agricoles disponible généralement dans les pays producteurs de riz tel que le Bangladesh , la chine , le Vietnam , Indonésie , Malaysia et d'autre pays de l'Asie , le recyclage de ce déchet est commencer récemment dans le monde en tant que source d'énergies pour l'industrie et parfois dans l'éclairage publique dans certain région rurale , d'autres études envisagent d'utilisé les cendre d'écorce de riz dans les liant minéral suite à la présence de la silice amorphe avec un taux environ (83-90%). Cependant d'autres études menées sur l'utilisation de ce déchet dans les mastics d'asphalte destiné à la construction routière.

Sebnem Sargin, et al (2013) a étudié la faisabilité d'incorporation des cendres d'écorce de riz dans les mélanges bitumineux en tant que filler, le filler a été remplacé par (25,50,75 et 100%) des cendres de riz, les résultats de stabilité ont montré la possibilité d'utiliser les cendres d'écorce de riz dans les bétons bitumineux [14]. Arabani et al (2015) confirme l'utilisation des cendres d'écorce de riz en tant que filler dans le mastic d'asphalte a fait augmenter les valeurs de déformation du mélange. De plus, Raissa Romastarika, Ramadhansyah Putra Jaya et al (2017) [15] a investigué la valorisation des cendres de riz noir dont la substitution variée de 2 à 6% du poids totale, des essais de pénétration ont montré diminution lorsque le taux des cendres augmente et peuvent améliorer les performances de la chaussée et réduire l'effet de l'orniérage [16]. Ranjyot Kushwaha et al (2018) [17] confirme dans ces travaux « Effect of Rise Husk Ash as Mineral Filler in Mastic Asphalt » Les résultats des tests ont montré que les mélanges qui utilisaient 100 % de RHA avaient la meilleure Stabilité, cette cendre de cosse de riz peut être largement utilisée comme produit de valeur et elle peut être utilisée comme charge minérale à la place du calcaire dans l'asphalte mastic.

I.3.3. Poudre de brique

La poudre de brique est l'une des sources alternatives qui peuvent être aussi utilisées en tant que filler ou charge minérale dans les matrices hydrocarbonées, la source de ce type de déchet provient de la démolition des anciens bâtiments construits avec de la brique rouge ou les résidus de la production de la brique. Shaopeng Wu, et al (2011)[18] a étudié certaines propriétés du mastic asphalte à base de la poudre de la brique rouge, la pénétration est réduite ce qui améliore la résistance à l'orniérage, un point de ramollissement accru, et une viscosité à haute température, cela indique l'effet positif de la poudre de la brique rouge sur les propriétés du mastic d'asphalte. Fisseha Wagaw et al (2018)[19] montrent dans leurs travaux que les échantillons d'asphalte préparés à base de poudre de brique requièrent moins de bitume environ 5.1% contre 5.4% pour l'asphalte de filler calcaire, ainsi la bonne résistance aux charges permanentes, la valeur de la stabilité aussi meilleure avec 13.68 KN par rapport au 9.65 KN, le volume de vide de filler de la poudre de brique est moins que celui de filler calcaire, ces résultats indiquent la faisabilité d'utiliser la poudre de brique dans les mélanges bitumineux et donne même des résultats plus intéressants que ceux avec du filler traditionnel.

I.3.4. Poudre de verre

Le verre est un sous-produit qui existe sous plusieurs formes, y compris le verre plat, verre d'emballage et d'autres, le broyage de ce déchet donne l'aspect granulaire qui qualifie ce déchet à être utilisé dans plusieurs applications dans le domaine de la construction, Plusieurs chercheurs ont étudié l'effet des liants et mélanges d'asphalte modifiés par la poudre de verre sur les performances mécaniques et l'analyse de la réponse des mastics d'asphalte et bétons bitumineux avec différents types de mélange à chaud et à froid [20][21]. Mehmet Saltan et al (2015)[22] ont étudié le

comportement de la matrice bitumineux en remplaçant le filler calcaire par la poudre de verre, les résultats de la stabilité ont marqué les mêmes valeurs que celui du filler traditionnel environ 5.8% de quantité de bitume optimale.

Ghazi G. Al-Khateeb et al (2019)[23] a étudié la faisabilité d'utiliser les déchets de verre en tant que filler afin d'investiguer le comportement au cisaillement sous différentes fréquences et températures des béton bitumineux, l'augmentation du rapport entre le mélange verre-asphalte et le liant bitumineux témoin pour n'importe lequel de ces paramètres était très significative à un rapport volumique de 0,30 G/A. Merrin Baby et al(2017)[24] affirme les études antérieurs d'aptitude d'utilisation des déchets de verre en tant que filler dans la matrice hydrocarbonée, les résultats de stabilité réalisés par l'essai de Marshall ont prouvé la similitude entre le filler calcaire et le filler de verre, environs 44% et un flux d'écoulement environ 3.79%., Jayvant Choudhary [25] rajoute que les mélanges bitumineux à base de poudre de verre présentaient également une résistance à l'humidité et une adhérence médiocres en raison de la quantité élevée de silice dans la poudre de verre.

I.4. Conclusion

Les sédiments sont des matériaux issus des phénomènes naturels (érosion/ dépôts), ces particules installées dans les fonds des ports maritimes et canaux de navigation présentent un problème de surmonte du niveau d'eau dans les canaux d'eau qui conduit par la suite à l'inondation et en parallèle réduire la profondeur d'eau qui empêche la navigation commerciale dans ces canaux et ports maritimes. C'est pour cette raison que le curage régulier de l'eau marine et continentale est devenu une obligation.

Généralement les sédiments sont constitués d'une phase minérale (quartz-calcaire-argile-feldspaths, etc.) et une fraction organique qui peut se présenter sous forme d'acide humique et fulviques et de débris végétaux. Etant donné que les sédiments sont classés comme déchets, les lois internationales et européennes devenues plus rigoureuses et les dépôts de ces sédiments pollués en mer ne sera plus autorisé, à cause de son impact sur la faune et la flore.

La valorisation est une évidence car le stockage de ces sédiments est une opération coûteuse qui demande un grand espace et une surveillance à long terme. Les différents processus de traitement des sédiments pollués permettent de réduire et parfois d'éliminer ces polluants mais par contre le coût de traitement n'est pas encore assez concurrentiel.

Chapitre II.

Prétraitement et caractérisation des sédiments de dragage

II.1. Caractérisations des sédiments

Le dragage des sédiments dans les milieux marins et fluviaux de manière régulière devient une nécessité afin de maintenir et garder le niveau minimal pour la navigation surtout les navires de marchandise qui joue un rôle très important dans l'économie. En France on compte un réseau fluvial de 52500Km de cours d'eau ce qui demande un curage [55]. Les sédiments utilisés dans cette étude sont des sédiments entièrement fluviaux qui proviennent de dragage des rivières et des cours d'eau du Nord- Pas- de Calais. Ces opérations sont sous la gestion de voies navigable de France (VNF) et le ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie (MEDDE). VNF est chargé de l'entretien, l'exploitation et la gestion du réseau fluvial en France. En effet, avec une quantité d'environ 750 000 mètres cube annuellement, soit 1/3 des sédiments dragués en France, les voies navigables de France est le deuxième maître d'ouvrage qui drague le plus [102].

L'objectif des travaux présentés dans ce chapitre est de caractériser ces sédiments dragués de différentes zones du Nord de la France, ce qui nous permet d'identifier les caractéristiques physico-chimiques, morphologiques, minéralogiques et environnementales des sédiments.

II.1.1. Sites de prélèvement

Les sédiments utilisés dans cette étude proviennent des canaux du Nord de la France (Figure II.1 site de prélèvements (Nord-Pas-de-Calais), les zones de dragage sont les suivants :

- Noyelles-sous-Lens (NSL)
- Aire-sur-la-Lys (ASL)
- Métropole Européenne de Lille (MEL)
- Communauté Urbaine d'Arras (ARS)

Pour chaque zone de prélèvement, les prélèvements ont été effectués en trois points pour s'assurer l'homogénéité et la représentativité des matériaux.

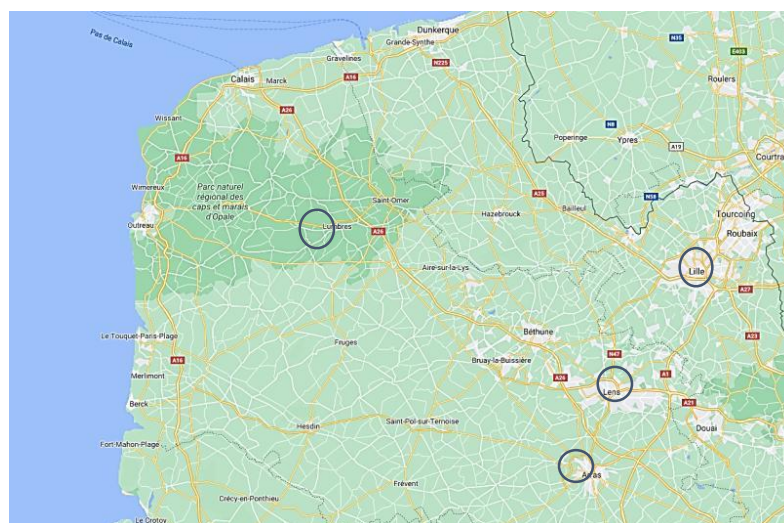


Figure II.1 site de prélèvements

II.1.2. Techniques d'échantillonnage et de prélèvement des sédiments

Elles dépendent de la nature de la matière et les quantités présentées pour analysées, dans un lot hétérogène, la quantité nécessaire et représentative pour mener à bien une analyse qui ne requiert que quelques dizaines de grammes ou milligrammes. Afin d'avoir des données représentatives de l'échantillon prélevé, il est primordial de savoir prélever un échantillon fiable.

Deux propriétés sont essentielles :

- La reproductibilité de la prise d'échantillon
- La représentativité de l'échantillon initial

Une homogénéisation suivie d'un sous-échantillonnage manuel par quartage peuvent également être utilisés pour des échantillons peu hétérogènes.

L'homogénéisation et le sous-échantillonnage par quartage Figure II.2 Protocole d'échantillonnages par la méthode de quartage a été réalisée en plusieurs étapes :

- Etaler l'échantillon sur une toile de plastique ;
- À l'aide d'une pelle, faire un tas de forme régulière et diviser le tas en quatre ;
- Jeter les deux quarts opposés ;
- Combiner les deux quarts restants et répéter le procédé au moins 3 fois jusqu'à l'obtention d'un échantillon composé du volume souhaité.



Zone et tas de sédiment



Division en 4 du tas



Mélange des 2 quarts opposés

Figure II.2 Protocole d'échantillonnages par la méthode de quartage

II.1.3. Caractérisation physique des sédiments

Dans le cadre de ce travail, une caractérisation physique des quatre sédiments utilisés a été effectuée, une explication détaillée de chaque essai a été réalisée. Cette partie de l'étude est essentielle et primordiale afin de déterminer le comportement de ces matériaux face aux différentes sollicitations et interactions avec d'autres matériaux entrant dans les formulations ainsi qu'identifier leur potentiel de valorisation.

Les essais de caractérisation physique à réaliser étude sont les suivants :

- La teneur en eau (NF EN 12880)
- La teneur en matière organique (NF EN 15169)
- La teneur en carbonate (NF P 94-048)
- La masse volumique absolue au pycnomètre à hélium (NF EN 1097-7)
- Granulométrie laser (XP P 94-041)
- La teneur en argile : Bleu méthylène (NF P 94-068)

II.1.3.1. *Teneur en eau (W)*

La teneur en eau des sédiments est définie selon la norme (NF EN 12880) comme la proportion en masse d'eau présente dans la boue. Elle est déterminée par la perte en masse, dans des conditions définies, résultant du processus de séchage par étuvage. L'essai est principalement décrit l'état hydrique des boues ou sédiment et s'exprime en pourcentage (%) ou en gramme par kilogramme. Trois échantillons représentatifs ont été prélevés pour chaque sédiment afin d'assurer la reproductibilité des résultats. Les échantillons ont été pesés et séchés dans une étuve ventilée à (105 C°). Après stabilisation de la masse séchée, la différence en masse avant et après le processus de séchage est utilisée pour calculer la teneur en eau.

La teneur en matière sèche (w_{dr}) ou la teneur en eau (w_w), exprimées en pourcentage en masse ou en grammes par kilogramme, à partir des formules suivantes :

$$w_{dr} = \frac{m_c - m_a}{m_b - m_a} \cdot f$$

$$w_w = \frac{m_b - m_c}{m_b - m_a} \cdot f$$

Où :

- w_{dr} est la teneur en matière sèche de l'échantillon de boues, en pour cent ou en (g ou Kg)
- w_w est la teneur en eau de l'échantillon de boues, en pour cent ou en grammes par kilogramme;
- m_a est la masse de la capsule d'évaporation ou du creuset vide, en grammes ;
- m_b est la masse de la capsule d'évaporation ou du creuset contenant l'échantillon de boues, (g);
- m_c est la masse de la capsule d'évaporation ou du creuset contenant la matière sèche de l'échantillon de boues, en grammes ;
- f est le facteur de conversion égal à 100, pour des résultats exprimés en pour cent et égal à 1 000 pour l'expression en grammes par kilogramme.

Les valeurs doivent être arrondies à 0,1 % ou, exprimées à 1 g/kg près. Les résultats de l'essai sont présentés dans le (Tableau II-1)

Tableau II-1 teneurs en eau des sédiments bruts

Sédiment	Moyenne des trois mesures	Ecart type
ASL	2.08	0.020
ARS	2.78	0.034
MEL	2.16	0.01
NSL	2.45	0.025

Les résultats des teneurs en eau mesurées ne sont pas celle de sédiment sortie de dragage, mais celle récupérées des zones de stockage, après des prétraitements effectués et séchage naturel au niveau du laboratoire aussi à l'air libre. Cependant les teneurs en eau sont pratiquement proches pour tous les sédiments (de l'ordre de 2.08 à 2.78%). La détermination de la teneur en eau dans les formulations des asphaltes d'étanchéité et l'élimination de la quasi-totalité d'humidité dans les granulats utilisé est recommandée et même exigé, donc nos sédiments doivent subir un étuvage avant de l'introduire dans les formulations.

II.1.3.2. *Masse volumique absolue et évaluation de la matière organique*

La masse volumique absolue est définie comme le rapport de la masse du matériau sur son volume réel, sans tenir en compte des vides qui peuvent se trouver entre ces grains, pour ce test un pycnomètre de marque Micrometric AccuPyc 1330 (Figure II.3. Pycnomètre à hélium) est utilisé pour déterminer la masse volumique absolue.



Figure II.3. Pycnomètre à hélium

L'essai réalisé selon la norme NF EN 1097-7 de juin 2008, à l'aide d'un pycnomètre est une méthode principalement permettant de déterminer le volume des échantillons de forme irrégulière, tel que les granulats et à partir la connaissance de la masse de l'échantillon, le volume peut être calculé. Selon la norme le principe repose sur le remplacement d'une certaine quantité du gaz d'hélium de masse volumique connue par l'échantillon, le principe de la mesure est d'injecter le gaz à une pression

donnée dans une enceinte de référence, puis relâcher le gaz dans l'enceinte de mesure contenant l'échantillon mesurant la nouvelle pression de gaz dans cette enceinte. Le volume réellement occupé par le solide peut alors déterminer et permettre le calcul de la masse volumique absolue, alors la densité peut être déterminée par la formulation suivante :

$$\text{Densité des grains (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{masse de l'échantillon (g)}}{\text{volume réel des particules (cm}^3\text{)}}$$

Pour chaque sédiment, trois échantillons ont été préparés afin d'assurer la cohérence des résultats. Un étuvage à (105C°) des matériaux est obligatoire afin d'éliminé tout humidité inclut jusqu'à la masse constante, par la suite un broyage en cyclo est réalisé sur les sédiments. Une masse de 1.8 g environ est pesée puis introduite dans la chambre d'un volume de 3.5 cm³. Le pycnomètre effectue plusieurs itérations sur le même échantillon environ 21 itérations d'une durée totale d'une heure environ. Les résultats de ces mesures sont présentés dans le Tableau II-2 suivant

Tableau II-2 la masse volumique absolue des sédiments

Sédiment	Masse volumique (g/cm ³)	Ecart type
ASL	2.61	0.002
ARS	2.53	0.007
MEL	2.45	0.01
NSL	2.39	0.04

Les résultats affichés dans le tableau ci-dessus montrent en général que les sédiments ont des masses volumiques proches. Le sédiment ASL enregistre la valeur la plus haute d'ordre 2.61 g/cm³ suivi par le sédiment ARS qui présente la valeur de 2.53g/cm³. En revanche les sédiments MEL et NSL ont des masses volumiques moins 2.45 et 2.39g/cm³ qui peut être expliquée par la présence de la matière organique qui fait diminuer leurs masses volumiques.

Etant donné que les sédiments de dragage issus de différentes origines endogènes et exogènes qui explique leurs différentes compositions tels que les éléments pollués, la matière organique, ces éléments peuvent impliquer des complications et des problèmes dans tous genres de matrices hydrauliques ou hydrocarbonées. Pour les matrices hydrauliques comme aussi les matrices hydrocarbonées, la matière organique affecte sur l'absorption que ce soit l'eau ou le bitume ce qui provoque l'insuffisance des quantités d'eau ou de bitume considéré. La teneur en matière organique peut être déterminée suivant la norme de caractérisation des déchets ; détermination de la perte au feu des déchets, des boues et des sédiments (NF EN 15169 -2007). Avant de débiter l'essai le matériau doit être séché préalablement à 40°C dans une étuve ventilée afin d'éviter l'altération de la matière organique et éliminer la masse de l'eau dans l'échantillon. Le principe consiste à chauffer

dans un four jusqu'à $(450 \pm 25)^\circ\text{C}$ et à $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ pour la teneur en matière organique. La différence de masse avant et après le processus de chauffage est utilisée pour calculer la teneur en perte au feu (W_{LOI}) suivant la formule suivante :

$$W_{\text{LOI}} = \left(\frac{m(d) - m(c)}{m(d) - m(a)} \times 100 \right)$$

Où :

W_{LOI} est la perte au feu de l'échantillon en pourcentage de l'échantillon de résidu sec ou exempt d'eau ;

W_{dm} est la teneur en matière sèche de l'échantillon, en pourcentage ;

$m(a)$ est la masse du creuset vide, en grammes ;

$m(b)$ est la masse du creuset contenant l'échantillon non séché, en grammes ;

$m(c)$ est la masse du creuset contenant le résidu calciné, en grammes ;

$m(d)$ est la masse du creuset contenant l'échantillon, en grammes.

Les résultats de l'essai détermination de la teneur de la matière organique sont présentés dans le (Tableau II-3)

Tableau II-3. teneur en matière organique et perte au feu des sédiments

Sédiment	Matière organique (%)	Ecart type	Perte au feu (%)	Ecart type
ASL	5.82	0.11	7.69	0.012
ARS	9.61	0.09	11.14	0.018
MEL	10.63	0.28	11.56	0.197
NSL	13.15	0.31	14.93	0.015

La teneur en matière organique des sédiments étudiés varie entre 5,82 à 13,15%, le sédiment ASL enregistre des teneurs en matière organique de l'ordre de 5.82%. Les sédiments de MEL et NSL ont des teneurs plus élevées de l'ordre de 10,63 et 13,15% respectivement et considérés comme fortement organique suivant le classement du Tableau II-4.

Tableau II-4 Classification des sols en fonction de leur teneur en matière organique selon GTR

Teneur en matière organique (%)	Indication qualitative
$MO \leq 3$	Faiblement organique
$3 \leq MO \leq 9$	Moyennement organique
$MO \geq 9$	Fortement organique

II.1.3.3. Analyse granulométrique par diffraction laser

La technique de la granulométrie par diffraction laser apparaitre dans la fin des années 90 qui permet de mesurer la taille des grains ou plutôt leurs rayons, la technique basée sur l'interaction entre la lumière et la matière, la taille des particules identifiée par l'angle de diffusion du contact des particules avec la lumière (Figure II.4).

Cette technique est utilisée pour les sol fins de fraction inférieure à 2mm et supérieure à 0.02 μ m et s'intéresse à des milieux contiennent une importance quantité de limons et d'argiles, il faut noter que la technique repose sur l'hypothèse que les particules sphériques[103]. Selon la norme ISO 13320-1 (2009) fonctionnement de la granulométrie laser est principalement par la méthode optique en mesurant la variation angulaire de l'intensité de lumière diffusée lorsqu'un fuseau laser travers un échantillon de particule dispersé, à noter que les petites particules diffusent la lumière à des angles supérieurs que les grosses particules. Le modèle optique généralement sur la théorie de Mie ou de Fraunhofer, sont utilisés pour calculer la dispersion granulométrique des grains.

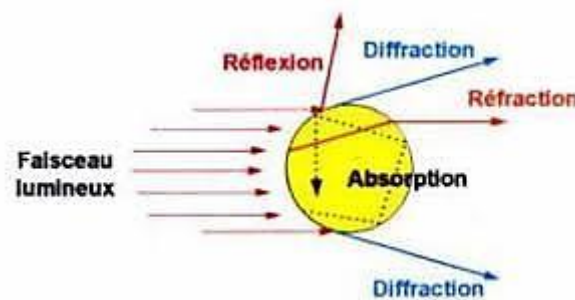


Figure II.4 Type d'interactions entre le faisceau laser et la particule

Les échantillons peuvent se trouver dans un milieu liquide qui concerne généralement les particules agglomérées et qui ne réagissent pas avec de l'eau ; ou sous forme solide (voie humide) qui été souvent utilisé pour les matériaux cimentaires et fibres et d'autres. La quantité de la masse de particules nécessaire pour une analyse est d'ordre d'une centaine de milligrammes à quelques grammes, elle suivi généralement par le control de l'obscurisation qui pratiquement acceptable de 9 à 11% pour l'appareil BECKMAN COULTER LS 13320 (Figure II.5). La granulométrie laser dotée d'un système d'agitation ultrason qui permet de disperser les particules et de les homogénéiser dans le liquide, une vitesse d'agitation qui ne doit pas être trop faible qui ne permet pas une mise en suspension des grosses particules, comme aussi ne doit pas être trop élevée ce qui conduit à créer des bulles d'air et donc de biaiser des analyses.



Figure II.5 Granulométrie à diffraction laser

Les Figure II.6 et Figure II.7 montrent les courbes granulométriques pour les sédiments bruts et les sédiments broyés par le broyeur SK300 respectivement, le but de broyage c'est l'homogénéisation et l'optimisation du classe granulaire inférieur à 125 μ m recommandée en tant que filler dans les mélanges hydrocarbonés inclus les l'asphaltes coulés.

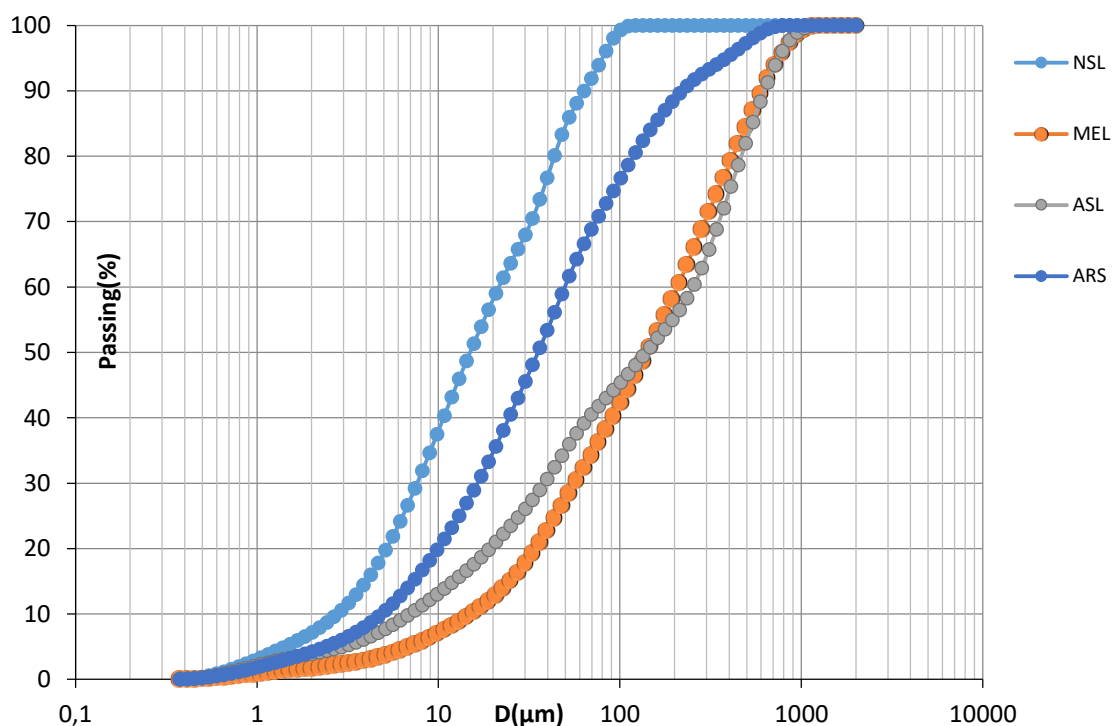


Figure II.6 Analyse granulométrique des sédiments bruts

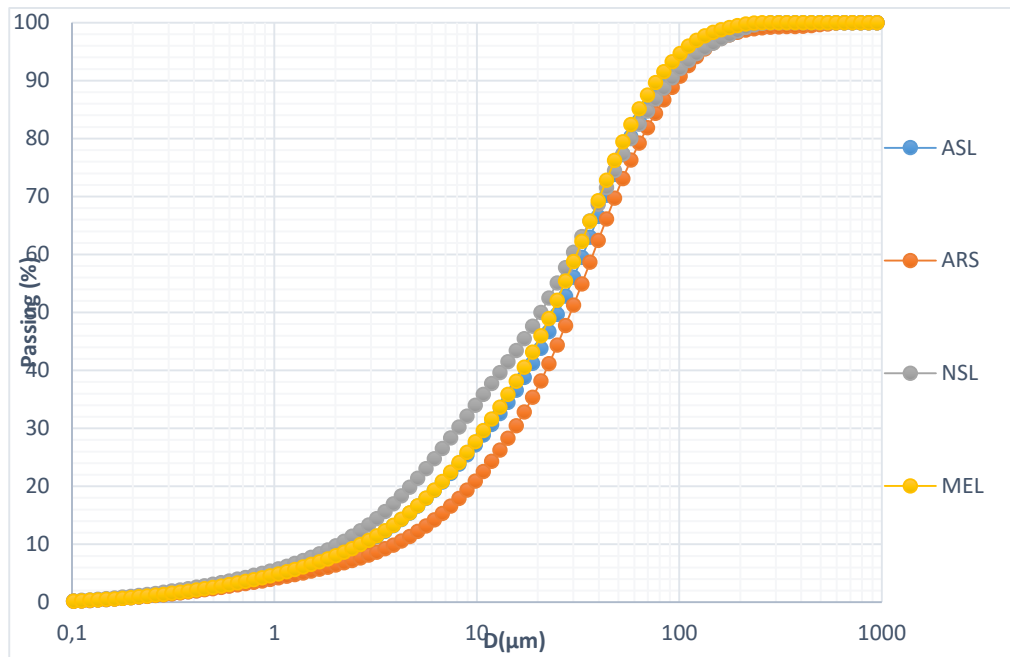


Figure II.7 Analyse granulométrique des sédiments broyés

Les résultats obtenus de l'essai granulométrie laser des sédiments à l'état bruts présentés dans la Figure II.6, les quatre sédiments possèdent des granulométries inférieures à 400μm ce qui leur donne un caractère des sols fins (Tableau II-5). On constate que le sédiment NSL est le plus fin que d'autres sédiments avec un pourcentage environ 10% inférieur à 2.92μm, et 90% des inférieurs à 63μm, le ARS présente aussi 70% des grains $\leq 63\mu\text{m}$, ensuite les sédiments ASL et MEL enregistrent environ 40% des grains inférieurs à 63μm, cette hétérogénéité des tailles des particules est liée à la minéralogie de ces sédiments et aussi à la présence de la matière organique. Cependant l'analyse granulométrie des sédiments broyés à l'aide d'un broyeur SK300 utilisant le tamis de 250μm présentent des tailles de particules très proches (Figure II.7), 10% des particules sont inférieures à 2μm pour tous les sédiments et 90% inférieures à 100μm. Le degré de conformité de nos sédiments est mentionné par deux facteurs, le facteur de courbure Cc et Cu et le facteur d'uniformité, les tamis correspond pour calculer ces facteurs sont d10, d30, d60. Les facteurs peuvent être définis comme suit :

- Le facteur d'uniformité Cu : le facteur est défini comme le rapport entre D60 qui est le diamètre du tamis pour lequel on a 60% de passant et D10 le diamètre du tamis pour lequel on a 10% de passant. Il permet d'apprécier l'irrégularité de la distribution des particules et il est donné selon la formule suivant :

$$Cu = \frac{D60}{D10}$$

La granulométrie est considérée « uniforme » signifie que les grains ont presque le même diamètre si Cu est inférieur à 2 et dite « étalée » si le facteur Cu est supérieur à 2 dans ce cas toutes les tailles sont représentées.

- Le coefficient de courbure décrit la forme de la courbe granulométrique, il est donné par l'équation suivante :

$$Cc = \frac{(D_{30})^2}{(D_{10}) \cdot (D_{60})}$$

Si le coefficient de courbure est compris entre 1 et 3 et que le facteur d'uniformité est supérieur à 5 (Cu > 5) cela signifie que la granulométrie est bien étalée.

D'après les résultats d'analyse des sédiments bruts et broyés présentés dans le (Tableau II-6), nous pouvons constater que les quatre sédiments contiennent des fractions ultra fines ($D \leq 2\mu\text{m}$) avec des pourcentages compris entre 3.9 et 7.18% pour les sédiments bruts et entre 6.4 et 9.7% pour les sédiments broyés. On peut constater aussi que le facteur d'uniformité Cu est supérieurs à 5 pour les sédiments bruts et broyés, ainsi le facteur de conformité est compris entre 1 et 3 cela veut dire que les sédiments présentent une granulométrie bien étalée et bien graduée.

Tableau II-5 Récapitulatif des caractéristiques granulométrique des sédiments brute

Classe	Granulométrie	Pourcentage pondérale (%)			
		ASL	ARS	MEL	NSL
argile	De 0 à $2\mu\text{m}$	3,9	4,23	1,8	7,18
Limons	De 2 à $63\mu\text{m}$	35,22	62,37	30,6	67,77
Sable	> à $63\mu\text{m}$	60,88	33,4	67,6	25,05
D10		7,42	5,11	15,65	2,92
D30		39,78	17,18	57,77	7,42
D60		256,94	52,62	213,221	20,7
Cu		34,63	10,3	13,62	7,09
Cc		0,83	1,1	1	0,91
Type de granulométrie		Granulométrie bien gradué et étalée			

Tableau II-6 Récapitulatif des caractéristiques granulométrique des sédiments broyés

Classe	Granulométrie	Pourcentage pondérale (%)			
		ASL	ARS	MEL	NSL
argile	De 0 à $2\mu\text{m}$	7,76	6,41	9,74	8,04
Limons	De 2 à $63\mu\text{m}$	75,33	78,6	72,74	77,07
Sable	> à $63\mu\text{m}$	16,91	14,99	17,52	14,89
D10		2,92	4,24	2,2	2,92
D30		11,83	15,65	8,14	10,77
D60		33,01	36,23	30,07	30,07

Cu	11,30	8,54	13,67	10,30
Cc	1,45	1,59	1,00	1,32
Type de granulométrie		Granulométrie bien gradué et étalée		

A partir des résultats obtenus précédemment, on peut déduire un diagramme de texture (Figure II.8) qui permet de classer nos sédiments bruts selon les classes granulaires comme suite :

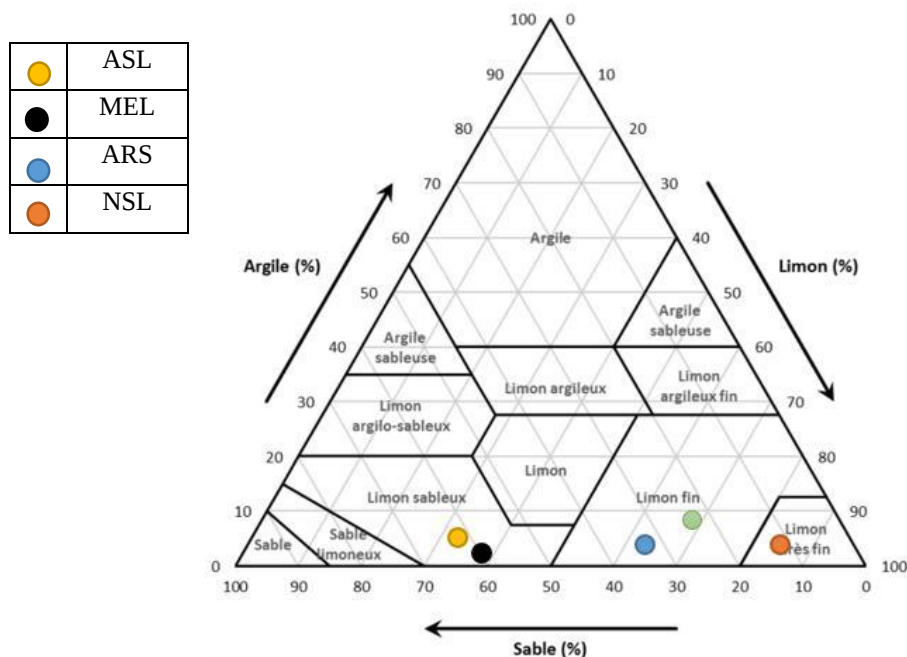


Figure II.8 Classification granulométrique des sédiments

II.1.3.4. Valeur au bleu de méthylène

L'essai à la valeur bleue méthylène consiste à évaluer l'indice de l'argilosité d'un sol en mesurant la capacité d'adsorption des molécules de bleu de méthylène à la surface des particules suivant la norme NF P94-068. L'essai consiste à mélanger un échantillon de sol ou de sédiments avec de l'eau déminéralisée. Progressivement, il y a des injections successives de bleu de méthylène par pas de 5 cm³ à 10 cm³ (selon l'argilosité du matériau). Ces injections se font dans une suspension de sol maintenue en agitation autour de 400 tr/min (plus ou moins 100 tr/min) (Figure II.9). A chaque ajout, une goutte de ce mélange est déposée sur du papier buvard. Dès qu'une auréole bleu clair apparaît (comme montré sur la photo ci-dessous), de largeur millimétrique, dans la zone humide de la tâche, l'essai est dit « positif ». En effet, l'adsorption du bleu sur les particules d'argile est considérée comme terminée et c'est l'excès de bleu de méthylène qui apparaît dans l'auréole. L'essai est poursuivi jusqu'à obtention de 5 tâches consécutives dites « positives » déposées toutes les minutes sur le papier buvard sans ajout de solution. A ce moment-là, l'expérience est alors stoppée. Toutefois, si l'auréole disparaît, de nouvelles injections de bleu de méthylène, avec des pas

de 2 cm³ à 5 cm³, doivent être réalisées. Par la suite, le volume de bleu de méthylène qui a été injecté est relevé et la teneur de la valeur au bleu peut être connue grâce à la formule suivante destinée aux particules qui ont un diamètre maximal de 5mm :

Où
$$VBs = \frac{B}{m} * 100$$

B est la masse de bleu introduite (V*0.01) et

M est la masse sèche de la prise d'essai.



Figure II.9 Essai VBs

La valeur pourra ensuite être comparée aux divers seuils retenus par le GTR afin de définir à quelle catégorie de sol appartient l'échantillon (Tableau II-7).

Tableau II-7 Détermination de la catégorie de sol selon la valeur VBs.

Sous classe	Seuils	Catégorie de sol
A1	VBs < 0.2	Sol sableux
	0.2 < VBs < 2.5	Sol limoneux
A2	2.5 < VBs < 6	Sol limoneux - argileux
A3	6 < VBs < 8	Sol argileux
A4	VBs > 8	Sol très argileux

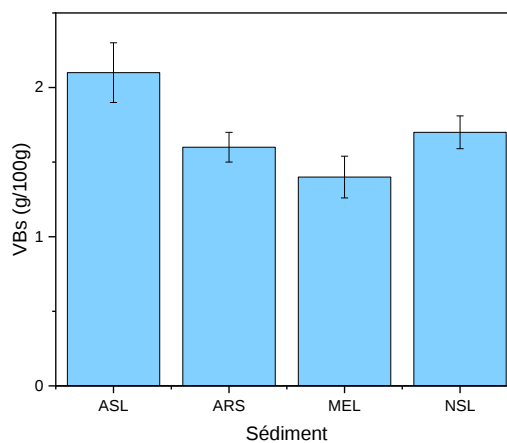


Figure II.10 Argilosité des sédiments

Les résultats de cet essai sont présentés dans la Figure II.10. Les sédiments présentent une argilosité comprise entre 1.4 et 2.27 g/100g et selon le Tableau 3.7 qui désigne les catégories des sols, les sédiments peuvent être classé comme étant sols limoneux.

II.1.4. Caractérisation minéralogique des sédiments

II.1.4.1. Détermination de la teneur en carbonate (méthode Calcimètre de Bernard)

Les sédiments sont des matériaux granulaires dont la présence des minéraux est primordiale. Afin de déterminer la teneur de ces carbonates, la méthode de « Calcimètre de Bernard » a été adoptée (Figure II. 11)[34], le principe de l'essai consiste à déterminer le volume du gaz de dioxyde de Carbone (CO₂) dégagé sous l'effet de l'acide chlorhydrique en excès (dans les conditions de température et de pression connues) suivant la formule de la réaction suivante :



La teneur en carbonates est donnée par la formule suivante :

$$\text{CaCO}_3 (\%) = \frac{V_{\text{CO}_2(\text{éch})} * m_{\text{CaCO}_3}}{V_{\text{CO}_2(\text{étalon})} * m_{\text{éch}}}$$

Avec :

- V CO₂ (éch) : volume de CO₂ dégagé par l'échantillon (ml)
- m CaCO₃ : masse de carbonate de calcium pesée pour l'étalonnage (g)
- V CO₂ (étalon) : volume de CO₂ dégagé par le témoin (ml)
- m éch : masse de l'échantillon (g)

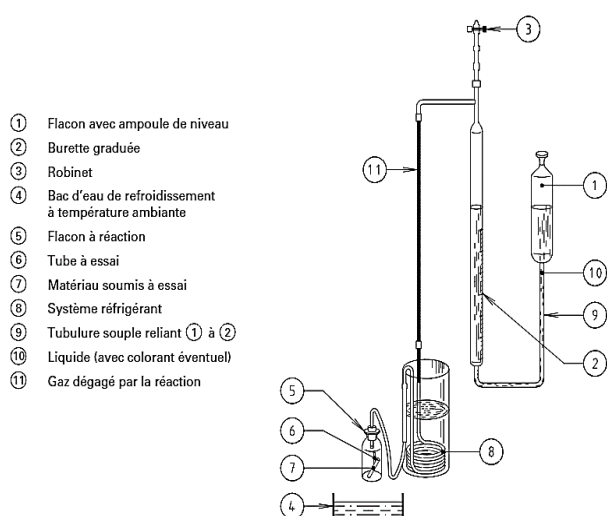


Figure II. 11 Schéma et montage de Calcimètre de Bernard

Selon la norme NF P94-048[104] la classification des matériaux en fonction du pourcentage massique en carbonates est illustré dans le Tableau II-8:

Tableau II-8 Classification des matériaux en fonction du pourcentage massique en carbonate

Teneur en carbonate (%)	Classification	Exemple
< 10	Non calcaire	Argile, sable siliceux
10 à 29	Peu calcaire	Marne
30 à 69	Moyennement calcaire	Marne
70 à 89	Fortement calcaire	Calcaire marneux
≥ 90	Calcaire pur	Calcaire pur

Les résultats obtenus de l'essai « Calcimètre de Bernard » mesurant de la teneur en carbonate des sédiments étudiés sont présentés dans la Figure II.12

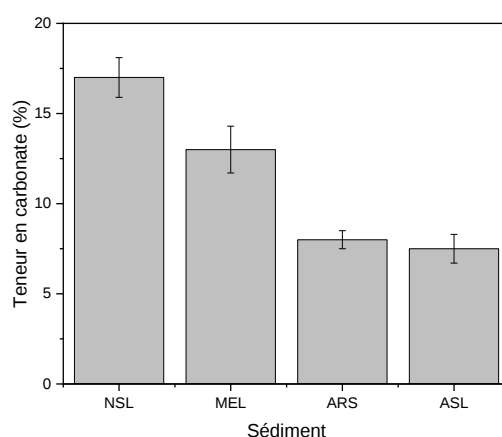


Figure II.12 Teneur en carbonate CaCO_3 des sédiments

D'après les résultats obtenus, le sédiment NSL qui enregistre la valeur la plus élevée avec 17% de carbonates, tandis que le sédiment ASL à la valeur la plus faible environ 6.5% de carbonates. Cependant en liaison avec le Tableau II.8 de classification des matériaux en carbonates, il s'avère que les sédiments ASL et ARS ont des teneurs en carbonates faibles ce qui leurs donne un caractère d'un matériau non calcaire, pour le reste des sédiments (MEL, NSL) ils enregistrent des teneurs en carbonate comprises entre 10 et 29 % ce qui qualifie ces sédiments comme des matériaux marneux.

II.1.4.2. Spectrométrie de fluorescence par rayons X

L'analyse spectrométrique de fluorescence par des rayons X est une méthode d'analyse chimique élémentaire qui permet à déterminer de la quantité des éléments chimique, la technique repose sur le bombardement de la matière avec des rayons X et la matière diffracte des rayons secondaires de rayons X. Les résultats de l'analyse FX sont présentés dans le Tableau II-9, Ainsi les oxydes contiennent ces sédiments dans le Tableau II-10 et la Figure II.13. Les résultats de l'essai montrent que les sédiments sont riches en silice SiO_2 , les sédiments ASL et ARS ont marqués des valeurs de l'ordre de 60% de silice, le NSL enregistre la valeur la plus basse 37% de silice. En effet la calcite(CaCO_3) est le deuxième élément dominant dans ces sédiments où le sédiment NSL

enregistre 19% ensuite le MEL et par la suite le ASL et ARS, d'autre éléments peuvent se présenter dans ces sédiments comme le Fe et le Na avec de faible pourcentage.

Tableau II-9 Fluorescence par rayons X des sédiments

Formule du composé	Concentrations			
	MEL	ASL	NSL	ARS
C	présent	présent	présent	présent
O	51	53,2	50,2	52,1
Na	0,6	0,4	0,342	0,534
Mg	1	0,7	0,66	0,591
Al	5,9	6,3	7,054	5,838
Si	24,3	26,7	17,29	27,9
P	0,4	0,3	1,06	0,401
S	0,5	0,2	1,57	0,29
Cl	traces	Traces	traces	traces
K	1,9	1,8	1,931	1,89
Ca	9,5	6,8	14,24	6,908
Ti	0,5	0,4	0,425	0,458
Mn	traces	Traces	traces	traces
Fe	4	2,8	4,414	2,826
Cu	traces	Traces	0,136	
Zn	0,1	0,1	0,2926	traces
totale	99,6	99,7	99,7862	99,736

Tableau II-10 Concentrations Oxydes des sédiments

Oxyde	NSL	ASL	ARS	MEL
Al₂O₃	13,42	11,9	10,96	11,15
SiO₂	37,01	59,26	59,68	51,98
CaO	19,87	9,51	9,65	13,29

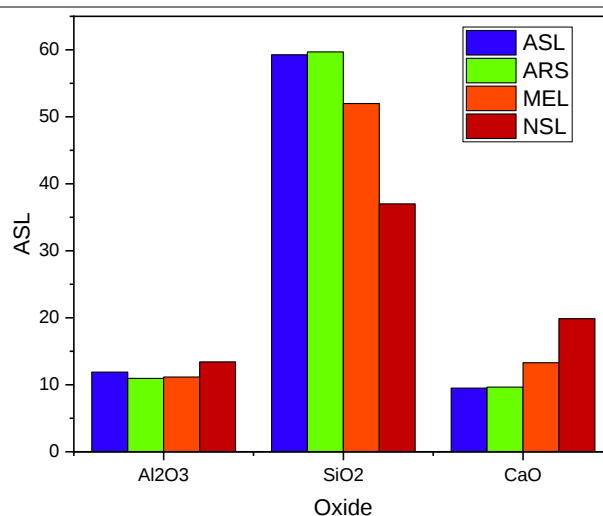


Figure II.13 Concentrations d'oxydes des sédiments

II.1.4.3. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse minéralogique par diffraction des rayons X a été utilisée dans le but de déterminer les phases cristallines qui peuvent être de quartz et calcite et d'autres contiennent ces sédiments. Le principe de la technique est d'injecter un faisceau de rayons X produit par le tube sur l'échantillon dans lequel le faisceau se fait dévié par les atomes contenant l'échantillon et c'est ce qu'on appelle faisceau diffracté et puis capté et collecté par un détecteur, les informations sont tracées sous forme d'une courbe (Diffractogramme) qui présente des pics à des angles bien définis de diffraction. La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intra cristallins).

La diffraction des rayons X permet de distinguer deux matériaux qui ont les mêmes compositions chimiques mais se différencient dans les arrangements atomiques comme le cas de la calcite et l'aragonite. La différence principale avec l'aragonite réside dans le fait que dans la calcite chaque atome d'oxygène est lié à deux atomes de calcium, alors que dans l'aragonite un arrangement différent lie un oxygène à trois calciums.

Pour conclure, la méthode de diffraction des rayons X permet de tracer un Diffractogramme qui présente des pics qui caractérisent la cristallite du matériau à partir des éléments suivants :

- La minéralogie déterminative : identification des phases cristallisées
- L'identification des argiles (phyllosilicates)
- Le suivi des transformations cristallographiques lors de réactions

L'investigation de nos sédiments d'étude est focalisée principalement sur la présence quantitative des carbonates et le quartz ainsi que les argiles, les résultats de diffraction des rayons X obtenus présentés dans la Figure II. 14. En parallèle avec les résultats de FX, on peut constater que tous les sédiments ont une majorité élémentaire de quartz (SiO_2), avec des pics très importants pour les deux sédiments AST et ARS, de moyennes pics de calcite (CaCO_3) enregistrée par le sédiment NSL et moins importants pour d'autres sédiments. Une présence de feldspaths type albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) et argile de type Illite surtout dans le NSL.

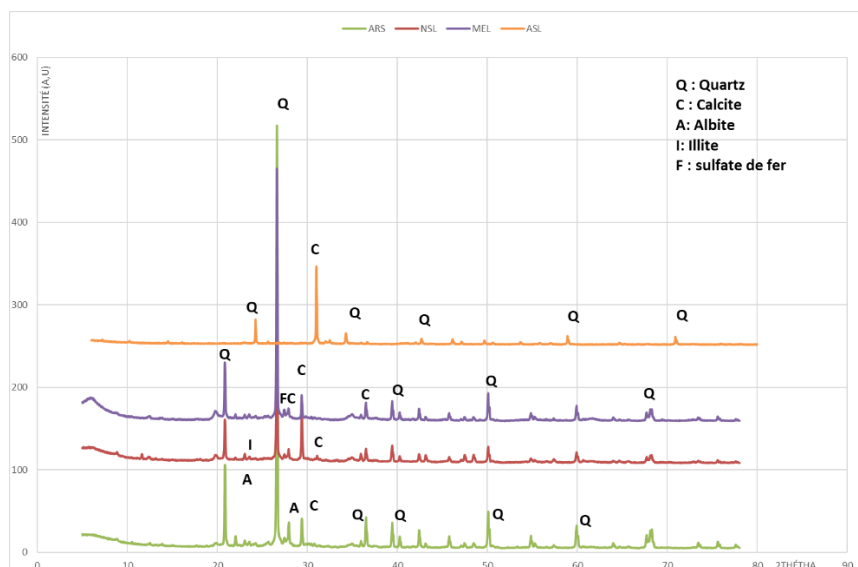
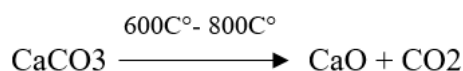


Figure II. 14 DRX des sédiments

II.1.4.4. L'analyse Thermo gravimétrique (ATG)

L'analyse thermo gravimétrique (ATG) permet à suivre la perte en masse d'un matériau en fonction d'un cycle thermique de chauffage jusqu'à 1000°C° et parfois plus tout dépend du matériau analysé, la technique est pratique pour suivre la perte de l'eau sous plusieurs formes ainsi l'élimination des gaz telle que (CO₂, FCO, etc.). Des transformations importantes enregistrées entre 100°C° et 800°C°. En effet la perte de masse due à l'échauffement de l'échantillon entre 100°C° et 450°C° est expliquée par la disparition de l'eau absorbé et l'eau liée, ainsi l'élimination des composés organiques, au-delà de ce cette température des transformations au niveau des argiles comme la kaolinite qui devient par la suite Méta kaolin vers 550°C°. Une autre perte de masse qui peut être enregistrée entre 600 et 800°C° qui probablement induite par la décarbonatation de la calcite contient ces sédiments et même aussi les coquillages qui peuvent se trouver parfois dans ces sédiments qui implique la libération de gaz de dioxyde de Carbone (CO₂) selon la réaction suivante :



Selon la masse molaire de l'oxygène et du carbone respectivement (16 g/mol) et (12 g/mol), la quantité du carbonate minérale peut être calculée à partir de l'équation suivante :

$$\text{C minérale (\%)} = \frac{12 (\text{masse molaire de C en g/mol})}{44 (\text{masse molaire de CO}_2 \text{ en g/mol})} * m (\text{Perte de masse en \%})$$

L'objectif de l'essai est de calculer cette teneur en carbonate qui traduit la quantité de la calcite contenue dans ces sédiments et en comparant aussi avec les méthodes d'investigations antérieures (Calcimètre de Bernard et la Fluorescence des rayons X). L'appareil utilisé pour cette analyse est NETZSCH STA 449 F3 (Figure II.15), les résultats du carbonate minéral obtenu par analyses thermogravimétriques sont présentés dans le Tableau II-11.



Figure II.15 Appareil Thermogravimétrie

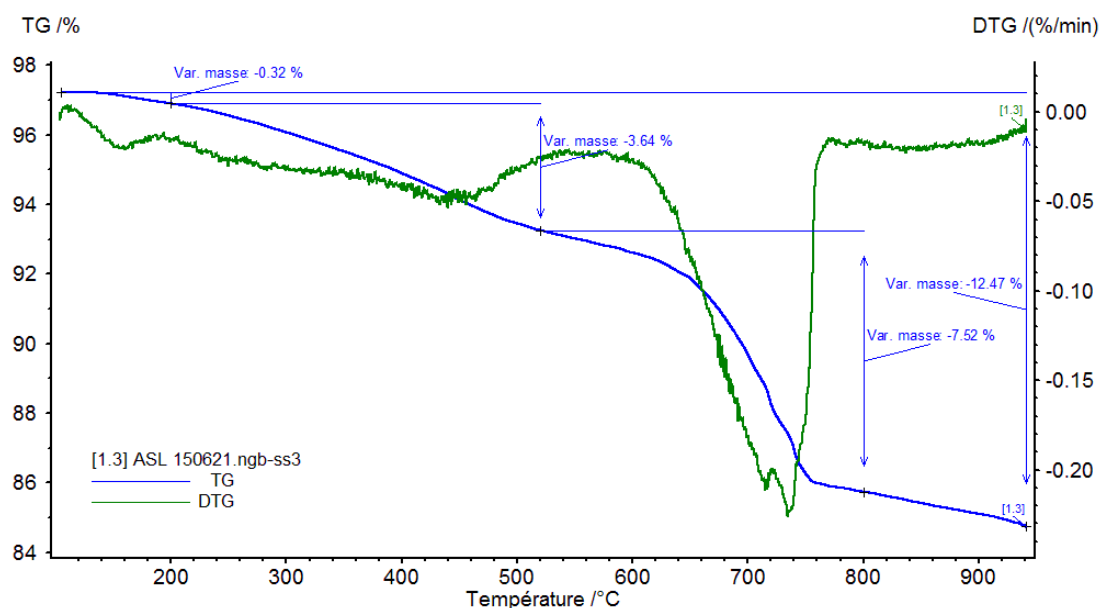


Figure II.16 ATG de sédiment ASL

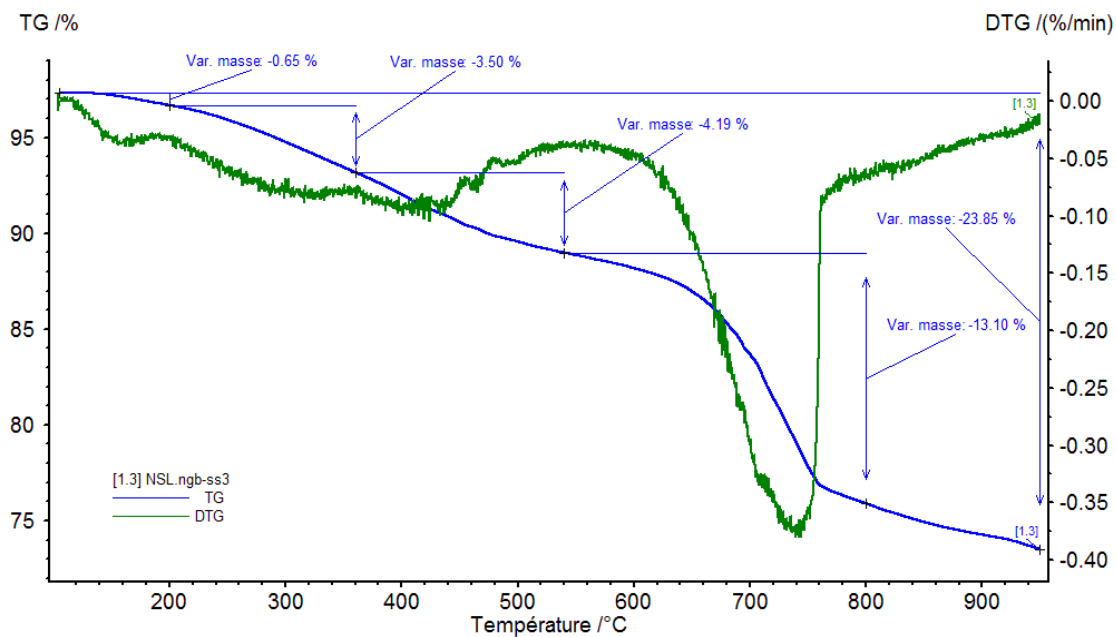


Figure II.17 ATG de sédiment NSL

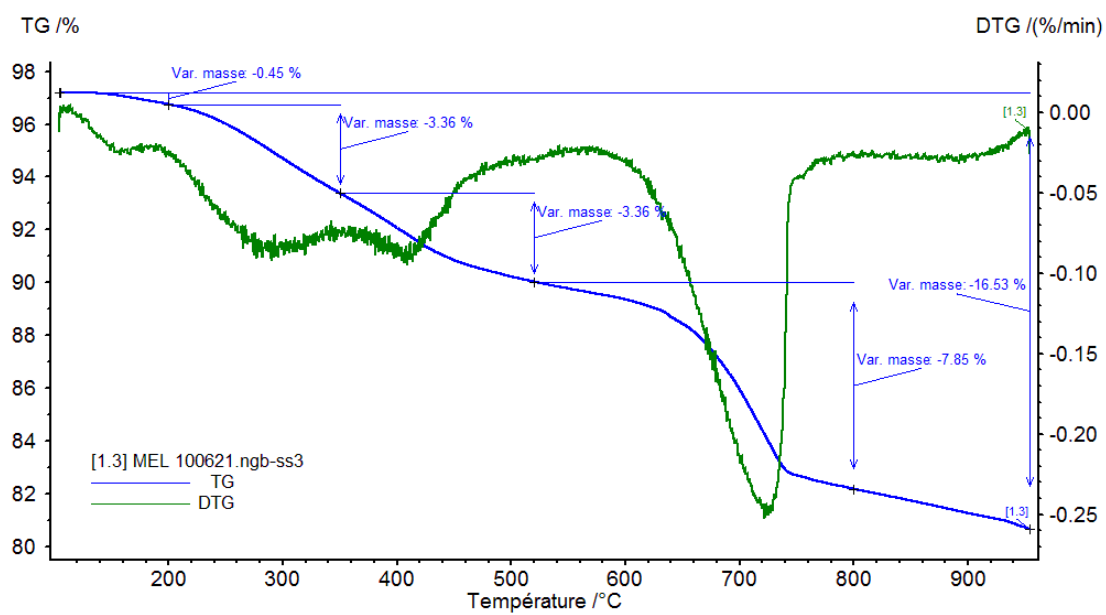


Figure II.18 ATG de sédiment MEL

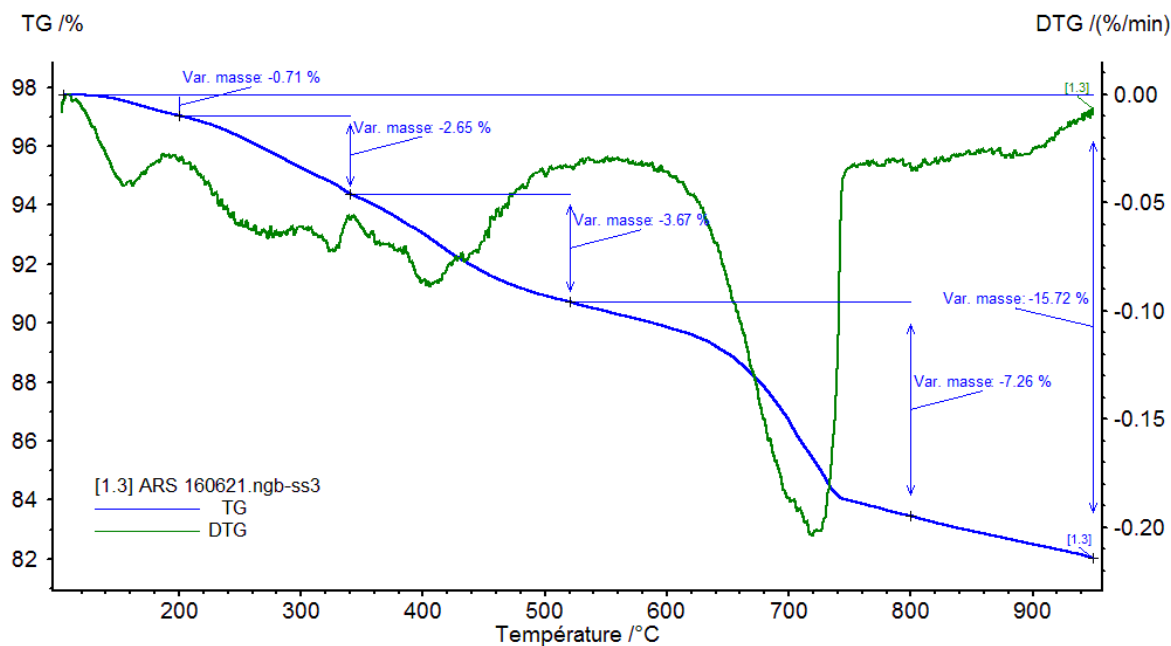


Figure II.19 ATG de sédiment ARS

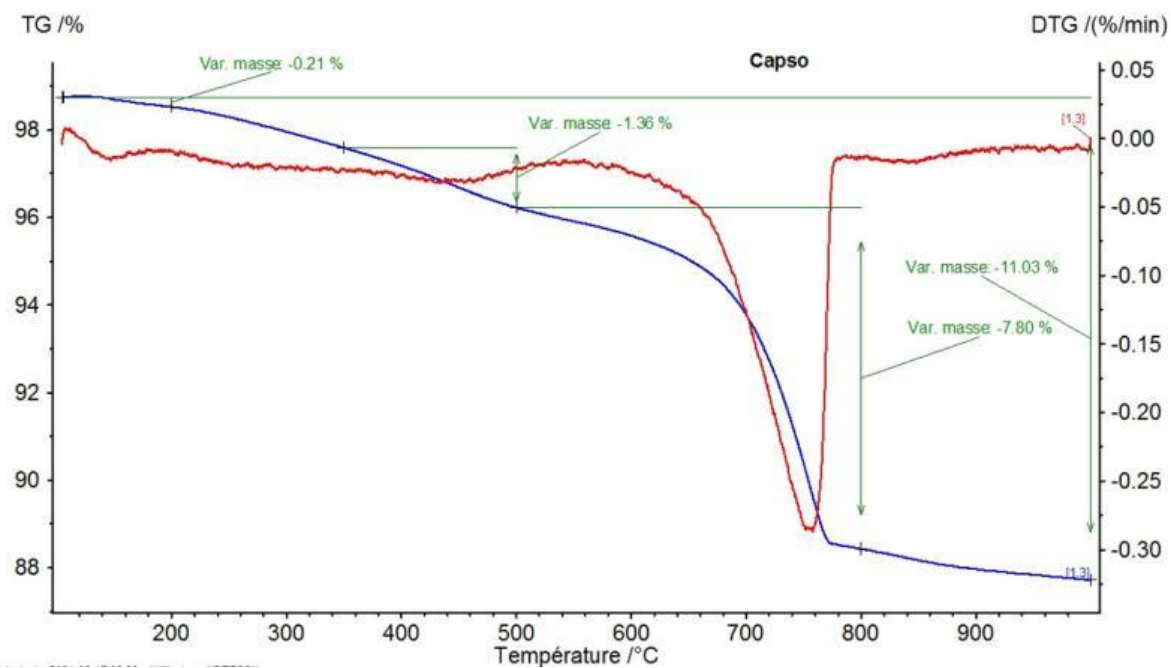


Figure II. 20 ATG de sédiment CAPSO

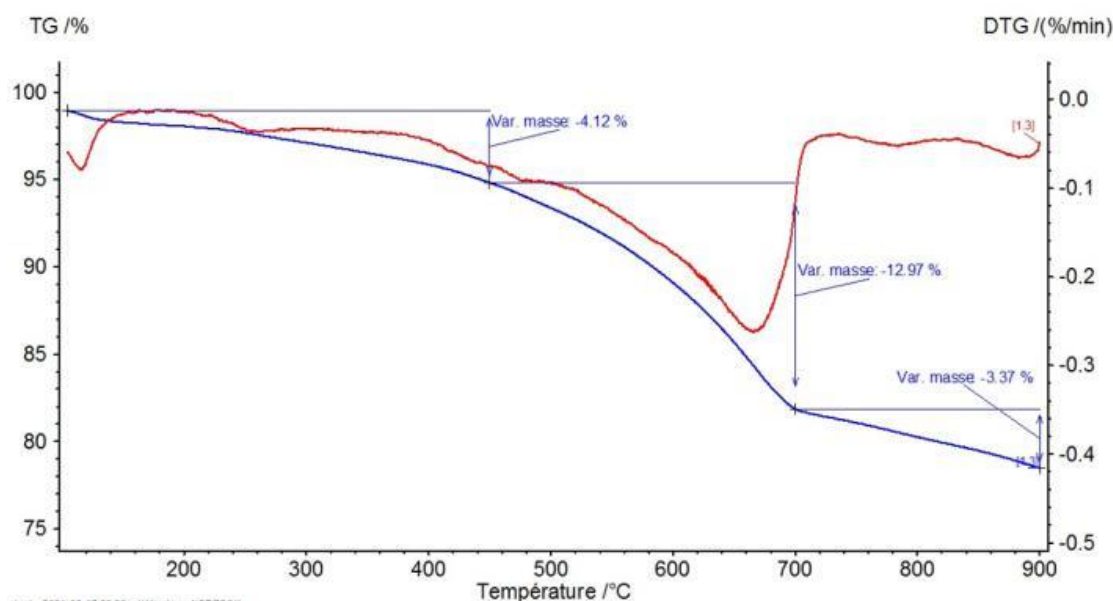


Figure II.21 ATG de sédiment GPMD

Tableau II-11 Carbone minérale des sédiments

sédiment	C - minérale (%)
ASL	2,05
ARS	1,98
MEL	2,14
NSL	3,57

Selon les résultats obtenus Tableau II-11 on constate que le sédiment NSL enregistre une quantité de carbonates la plus élevée (3.57%) relativement par rapport aux d'autres sédiments ce qui confirme les résultats des analyses de « Calcimètre de Bernard ».

II.1.5. Caractérisation morphologique des sédiments

L'analyse microscopique électronique à balayage (MEB) permet d'apprécier certaines propriétés morphologiques du matériau. L'analyse MEB est une technique capable de construire des images en résolution très élevées de la surface d'un échantillon en utilisant le principe de l'interaction électron matière. La technique permet d'avoir des agrandissements jusqu'à 4000 fois et plus, ce qui permet d'observer la quasi majorité des constituants à l'échelle micrométrique. L'appareil utilisé dans le cadre de cette étude est model Jeol JCM (Figure II.22).

La morphologie de la surface des sédiments présente différentes formes qui peuvent être expliquées par les minéralogies différents de ces sédiments tel que le quartz, de l'alumine et l'argile et d'autres, notamment des agglomérations observées au niveau de ces échantillons analysés. Dans l'ensemble ces sédiments sont des matériaux hétérogènes dont on constate la présence de la matière organique figurée sous forme de fibre végétale et parfois de coquille dans les sédiments de NST et MEL (Figure II.23a-b) respectivement.



Figure II.22 MEB de table JEOL

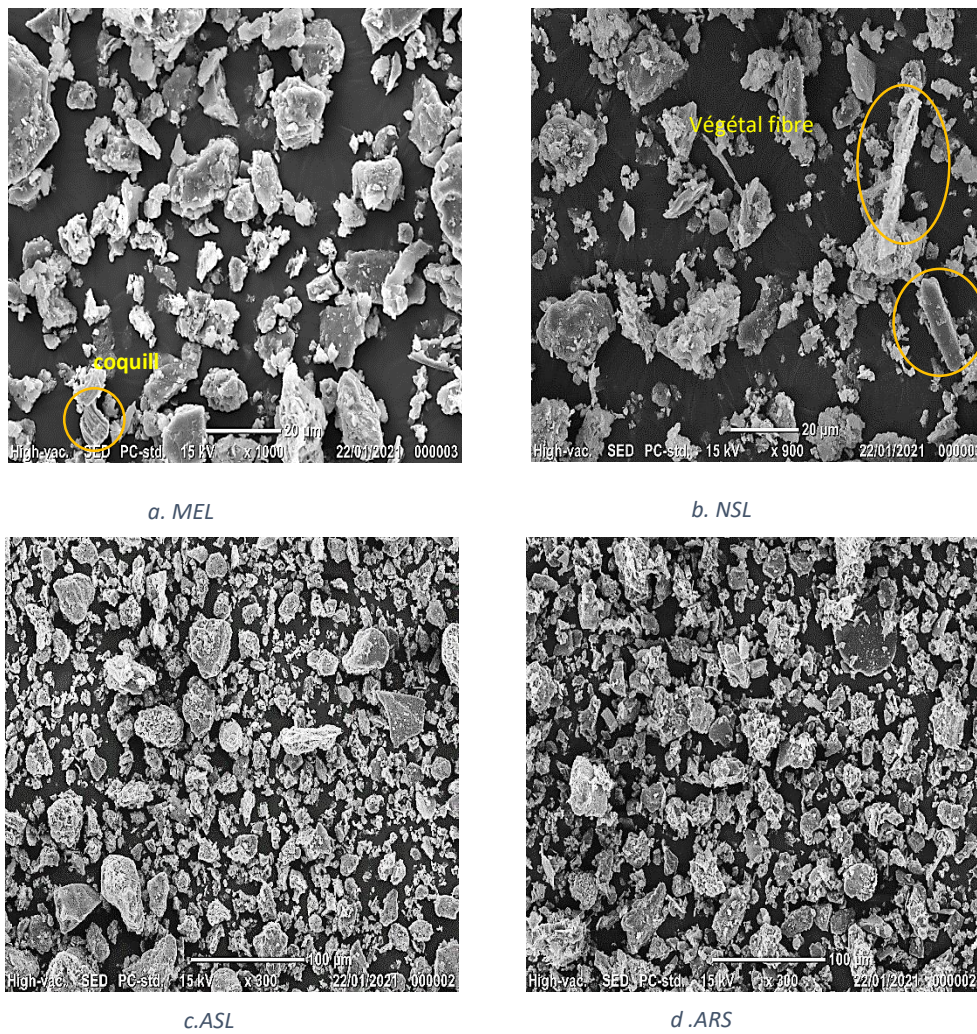


Figure II.23 Observation MEB des sédiments

II.1.6. Caractéristique chimique et environnementale des sédiments

II.1.6.1. Investigation de l'écotoxicité

L'évaluation environnementale des sédiments est l'une des étapes principales avant toute opération de valorisation. En effet ces sédiments doivent être classés non dangereux pour être utilisés comme matériaux substituants ou alternatifs, et ceux classés comme dangereux nécessitent un stockage dans des installations spécifiques, selon la réglementation européenne de 2008 les sédiments doivent être évalués selon quinze critères de H1 à H15 dont H14 qui définit la toxicité de ces sédiments.

Le diagramme illustré dans la Figure II.24 ci-dessous permet de définir le caractère dangereux et inerte ou non des sédiments et ainsi de pouvoir s'orienter sur les filières de gestion envisageables

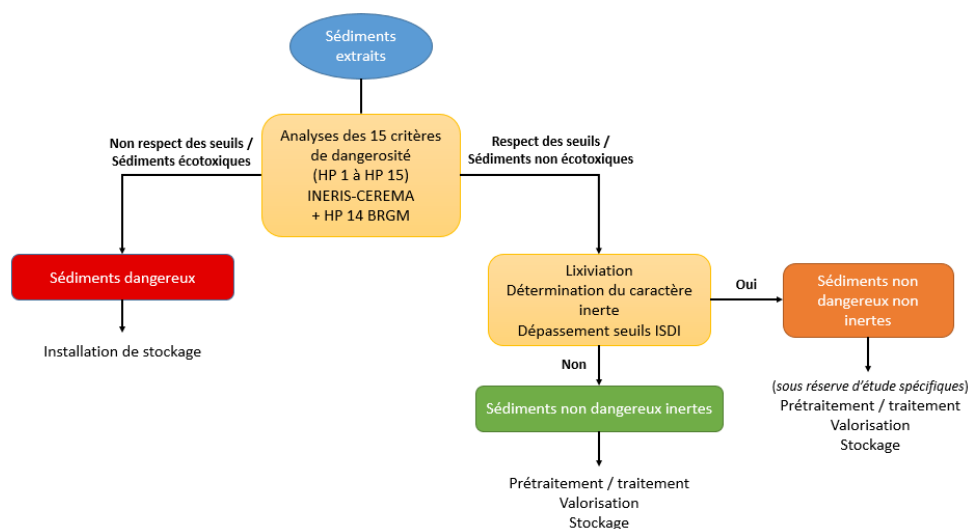


Figure II.24 Mode de gestion des sédiments en fonction de leurs classifications environnementales [59]

L'investigation de la dangerosité des sédiments de dragage est une étape essentielle pour leurs prochaines destinations. Cependant les sédiments « non dangereux » peuvent être considérés comme sous-produits, et dans le cas échéant les sédiments doivent suivre le protocole d'installation spécifique (Figure II.24). Un sédiment dangereux est défini par des critères de H1 à H15 dont un critère de toxicité selon la réglementation européenne de 2008. Le protocole HP 14 n'a pas été réalisé en laboratoire, mais des essais de toxicité aiguë et chronique ont été réalisés sur tous les points de sondage. Tous les sédiments ont été caractérisés comme non écotoxiques et suite à ces résultats on peut en déduire que ces sédiments sont non dangereux.

II.1.6.2. Evaluation des métaux lourds et paramètres organiques

Le milieu principal de la migration des polluants est l'eau, pour cela l'essai de lixiviation à l'eau est réalisé pour tous les sédiments conformément à la norme NF EN 12457-2. Cependant, comme cela a été mentionné précédemment pour le paramètre déclassant COT sur fraction brute, l'arrêté précise « Pour les sols, une valeur limite plus élevée peut être admise à condition que la valeur limite de

500 mg/kg soit respectée pour le COT sur éluât pour L/S = 10l/kg ». Or ici, la valeur du COT sur éluât est respectée. Le paramètre COT sur fraction brute n'est donc pas un paramètre déclassant pour une gestion en ISDI pour ces sédiments.

Selon les résultats obtenus qui sont présentés dans le Tableau II-12, on constate des teneurs en COT sur fraction brute supérieures aux seuils ISDI pour les sédiments ARS, MEL et NSL. Cependant, si on se réfère aux valeurs du COT sur éluât pour ces sédiments, les teneurs respectent les seuils permettant ainsi de retirer le paramètre COT sur fraction brute des paramètres délassants. Pour ce qui est des autres paramètres déclassant, les sédiments de MEL et NSL présentent des valeurs en HCT C10-C40 et antimoine sur éluât qui dépassent les seuils ISDI tandis que les sédiments ASL ne présentent aucun paramètre déclassant.

Tableau II-12 Résultats d'analyses chimiques des sédiments seuils INERIS-CEREMA / IDSI.

Paramètre	Unité	ISDI	ISDN D	ISDD	ARS	ASL	MEL	NSL
matière sèche	% massique	<30			67,3	85,6	95,6	65,6
COT	mg/kg MS	30 000	50 000		37 200	27 000	73 000	90 000
BTEX totaux	mg/kg MS	6	30		0,25	0,3	0,25	2
Somme des HAP (16) - EPA	mg/kg MS	50	100		4,4	2,87	46	22
PCB totaux (7)	Mg/kg MS	1	50		0,013	0,05	46	0,26
Hydrocarbures totaux C10-C40	mg/kg MS	500	5000		427	1,3	505	2320
Métaux lourds sur éluas en (mg/kg de matière sèche)								
antimoine	mg/kg MS	0,06	0,7	5	-	<0,03	0,14	0,09
arsenic	mg/kg MS	0,5	2	25	<0,04	0,34	0,05	<0,05
baryum	mg/kg MS	20	100	300	1,04	0,35	0,35	0,43
cadmium	mg/kg MS	0,04	1	5	0,01	0,01	0,004	0,01
chrome	mg/kg MS	0,5	10	70	0,02	0,365	0,012	<0,01
cuivre	mg/kg MS	2	50	100	<0,05	0,37	0,4	0,28
mercure	mg/kg MS	0,01	0,2	2	<0,000 5	0,11	0,01	<0,01
plomb	mg/kg MS	0,5	10	50	<0,1	0,49	0,1	<0,1
molybdène	mg/kg MS	0,5	10	30	0,05	0,049	0,063	0,11
nickel	mg/kg MS	0,4	10	40	0,02	0,16	0,1	0,13
sélénium	mg/kg MS	0,1	0,5	7	<0,039	0,022	0,039	0,05
zinc	mg/kg MS	4	50	200	0,09	1,85	0,21	1,2
Autre paramètre sur éluas								
COT	mg/kg MS	500	800	1000	82	47	94	94
Indice phénol	mg/kg MS	1	10	1000	<0,1	-	<0,1	<0,1
chlorures	mg/kg MS	800	15000	2500 0	42	55,46	24	20
sulfate	mg/kg MS	1000	20 000		930	552,3	554	5350

II.1.7. Conclusion

Ce chapitre permet de caractériser les sédiments proposés dans le cadre de cette thèse, ces sédiments ont pour objectif de substituer une partie des fillers calcaire utilisés dans la fabrication des asphaltes coulé pour étanchéité, il y avait quatre sédiments fluviaux Noyelles –sous –Lens (NSL), Aire sur La Lys (ASL), Métropole européenne de Lille (MEL), Communauté Urbaine d'Arras (ARS).

Des analyses physico-chimiques, minéralogiques ont été réalisées pour identifier certains paramètres qui pourraient révéler le comportement de ces sédiments en contact avec les liants, cette phase permet de conclure les éléments suivants :

- D'après l'analyse granulométrique, les sédiments peuvent être classés comme étant limoneux à limoneux sableux dont les fractions relativement dominantes sont les fines (environ 70%).
- La matière organique est présente dans tous les sédiments de dragage avec des teneurs différentes, notamment les deux sédiments NSL et MEL sont les plus organiques avec 14% et 11% respectivement et cela conduit par la suite à la limitation de la quantité de sédiment incorporé dans la matrice. Cependant ces sédiments ont besoin de traitement pour qu'ils soient validés.
- Selon les résultats des analyses minéralogiques, les sédiments sont riches en silice SiO_2 , et relativement faible en calcite CaCO_3
- Concernant l'évaluation du potentiel de la toxicité et polluants des quatre sédiments étudiés, on constate que tous ces sédiments ne contiennent pas d'éléments toxiques et sont classés non inertes et non dangereux à l'exception du sédiment ASL qui est inerte.

Chapitre III. Formulation de l'asphalte coulé d'étanchéité

III.1.Introduction

L'Asphalte coulé d'étanchéité (AM) peut être définie comme un mélange dense constitué de gros granulats, de sable, de granulats fins calcaires, de filler et de bitume, pouvant contenir des additifs [70]. Il existe trois catégories principales d'asphalte d'étanchéité : 1) asphalte d'étanchéité pure (AP) utilisant dans l'étanchéité de parking, les dalles sur plots et les ponts d'imperméabilisation et pour les terrasses techniques, accessible aux piétons et aux véhicules ajouté l'étanchéité de jardin ; 2) asphalte d'étanchéité sablé (AS) destiné pour l'imperméabilisation de terrasses inaccessibles, technique, avec rétention temporaire, et 3) asphalte d'étanchéité gravelé (AG) à pour les terrasses de jardin et les terrasses avec rétention temporaire des eaux de pluie et pour les ponts et les structures souterraines [90].

III.2.Méthodologie des plans d'expériences (DOE)

Par définition le plan d'expérience (design of experiment) est une suite ordonnée d'essais d'une expérimentation où chacun peut acquérir une nouvelle information. C'est une méthode très intéressante pour l'étude de phénomènes scientifiques, le système soumis à deux types d'entités (Figure III.1) : les variables d'entrée et les variables de sortie. Les variables d'entrée, appelée souvent « Facteurs » ou un état qui agit sur le système étudié qui sont susceptibles de le modifier. Il existe les facteurs significatifs qui agissent sur le système lorsqu'il est modifié, et les facteurs non significatifs définis comme n'ont aucun effet sur la réponse du système ou, dont l'effet est négligeable. Les variables de sortie, appelées « Réponses » qui définit par la grandeur que l'on mesure pour connaître l'effet des facteurs de système, à partir de différents essais, il va tenter d'établir des relations de cause à effet entre la (ou les) réponse(s) et les différents facteurs

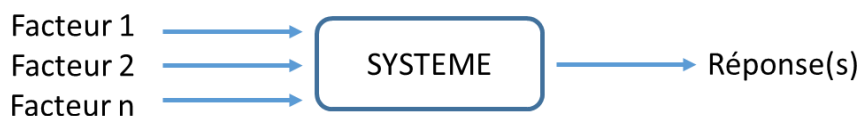


Figure III.1 Environnement du système

Dans un plan expérimental on distingue deux types de facteurs : les facteurs continus qui sont représentés par des nombres continus, comme une température ou une concentration et les facteurs discrets ne peuvent pas être forcément numérique mais il peut représenter un nom par exemple [105]. Les facteurs du système sont exploités pour construire un espace expérimental, les facteurs continus peuvent être représentés par un axe gradué et orienté. Pour deux facteurs on obtiendrait un espace euclidien à deux dimensions qui par la suite est appelé « espace expérimentale ». Pour les systèmes de plus de deux facteurs on les représente avec d'autres axes

orientés et gradués positionnés perpendiculairement aux deux premiers. Les facteurs peuvent prendre des valeurs entre minimum et maximum qui s'appelle le domaine de variation, généralement le niveau bas présenté par (-1) et le niveau haut par (+1) et entre les deux limites toute les valeurs théoriques possibles.

III.2.1.Avantages des plans d'expériences

Les principaux avantages des plans d'expériences en comparant avec les méthodes d'expérimentations traditionnelles sont résumés dans les points suivant [105] :

- Réduire le nombre d'expériences grâce aux formules de la statistique du système, ce qui permet de réduire le temps et aussi réduire la quantité des matériaux utilisés dans l'expérience et donc le coût des expériences est diminué (aspect économique).
- Détection des effets interactions entre les facteurs et prédire la réponse de chaque
- Modélisation assez facile des résultats par déférente type de présentations
- La précision incontournable des entrés (facteurs) et des sorties du système (réponses).

Dans la littérature, cette méthode a déjà fait ces preuves dans plusieurs domaines de la pharmaceutique au génie civil. Dans le génie civil assez peu de travaux de thèses et de recherches ont utilisé la méthode parmi les axes principales d'utilisation est optimiser surtout des formulations et de mélanges. On peut citer les travaux de A. Zeraoui [102] qui a utilisé cette méthode pour l'objectif d'une substitutions d'une quantité de ciment par le laitier de haut fourneau. De même les travaux de A. Safhi qui a diminué le nombre d'essai et l'instar d'une équipe de IMT Lille de Douai et université de Sherbrooke , a exploité la méthode plan expérimentale afin d'étudier la faisabilité de substitution des sédiment de dragage comme ajout cimentaire dans les bétons auto plaçant [106] .Dans le cadre de cette thèse, nous avons procédé à utiliser la méthode pour l'optimisation de formulations d'asphalte coulé d'étanchéité, en mettant en œuvre un plan de mélange .

III.2.2.Définition du plan de mélange

Les plans de mélange sont des plans d'expériences utilisés lorsqu'on étudie un matériau à plusieurs constituants dans le but de trouver une loi d'interaction entre la réponse et les facteurs ou les compositions du mélange [107] étant donné que les facteurs du système présentent les concentrations X_i de chaque constituant i du mélange et les réponses sont exprimées par Y . En effet le plan de mélange se définit par la relation fondamentale suivante :

$$\sum x_i = 1$$

Cependant, le plan de mélange ne peut être choisit que pour des mélanges pour lesquels la quantité de chacun des constituants dépend de celle des autres et la somme des proportions des constituants

(massique, volumique ou autres grandeurs) doivent être égale à 1 (100%). Un mélange de trois facteurs, X1, X2 et X3, va être adopté dans notre étude dont la somme est égale à 1. Les trois facteurs ont les proportions massiques de Bitume (X1), de filler calcaire (X2) et de sédiment (X3) qui présentent globalement un mélange ternaire. Le graphique de tel mélange peut être représenté par un triangle équilatéral lorsque les proportions varient de 0 à 1 correspond au domaine expérimental d'étude.

Les modèles de Scheffé ont été spécifiquement développés pour gérer les contraintes naturelles des conceptions de mélanges. Les modèles de mélange ne sont facilement interprétables que lorsque les composants du mélange vont tous de 0 au total pour la conception. La plupart des conceptions de mélange couvrent un espace plus restreint. Utilisez les graphiques de modèle pour mieux comprendre les modèles. En effet le modèle choisit pour notre étude est celui du modèle de régressions quadratique de Scheffé [108]

$$\hat{y} = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i=1}^{q-1} \sum_{j=i+1}^q \beta_{ij} x_i x_j$$

Avec $\hat{Y}$ la réponse prédite par le model, q est le nombre de constituants (ici, q=3), β_i et β_{ij} les coefficients du model, et X_i les proportions des constituants.

En principe le plan de mélange permet de déterminer à partir des formulations proposées par le model et à estimer avec une meilleure probabilité les coefficients du model nommés les points expérimentaux. Par la suite le model doit être validé avant utilisation et la formulation du mélange doit être optimisé selon les exigences du produit de sortie.

III.2.3.Construction du plan d'expérience

Afin d'optimiser les formulations par un plan d'expérience, il est indispensable de remplir plusieurs étapes :

III.2.3.1.Définition des facteurs et réponses

Dans un premier temps, la définition des paramètres d'entrés (facteurs) caractérisés par les valeurs de limite basse et haute qui sont identifiées soit à partir du cahier de charge et/ou les textes normatifs d'essais, ainsi les paramètres de sortie (réponses de domaine expérimentale).

III.2.3.2.Choix du plan de mélange

Le plan de mélange optimal a été choisi pour cette étude, un bon choix de conception lorsqu'une plus grande flexibilité est requise. Contrairement aux conceptions simplex, où il existe un motif spécifique pour les points de conception, les points de cette conception sont choisis par un algorithme pour obtenir une propriété spécifique. En raison de ce processus de sélection et du

fait qu'il existe souvent de nombreux ensembles de points de conception statistiquement équivalents, il est possible d'obtenir des conceptions légèrement différentes pour le même et des informations sur le modèle. La conception optimale est nécessaire lorsqu'il existe des plages de composants inégales, des contraintes à plusieurs composants ou qu'un modèle personnalisé est adapté aux Réponses. Après l'obtention des valeurs de réponses, les coefficients du model seront calculer par régression, généralement on utilise la méthode PLS (partial least squares) ou la méthode des moindres carrés partiel, ensuite et à travers ce model on pourra calculer les valeurs prédites et résidus de chaque point d'essai du model construit.

Lorsque le model est déterminé par les résultats dont les réponses prédites, il reste pour une dernière étape la vérification par des essais expérimentaux, on note bien qu'une fois les valeurs des réponses et valeurs des résultats expérimentaux sont validées, le model sera validé et affirmé.

III.2.4. Plan de mélange de l'étude

Trois facteurs ont été pris en compte dans ce mélange, il s'agit des proportions massiques du liant bitumineux (A), du filler calcaire (B) et le filler sédiment (C) (le sable va être considéré constant dans tous les mélange). L'objectif est de substituer une quantité de sédiment par le filler calcaire, la quantité du sédiment envisagée à substituer par le model est de 31.5% (Figure III.2)

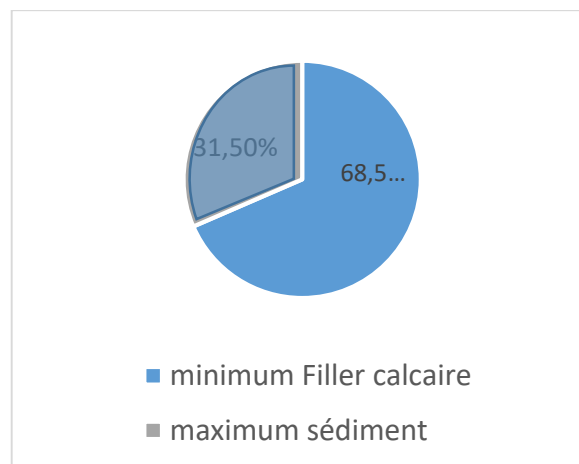


Figure III.2 Intervalle de variation de substitution des sédiments par rapport au filler

Plusieurs logiciels peuvent être utilisés pour concevoir le plan de mélange comme Elistate, JMP. Dans cette étude le logiciel « Design Expert 10 » a été adopté. Le domaine expérimental obtenu est présenté dans la Figure III.3

Pour chaque formulation la relation de la somme de 1 ou 100% ou 0 à 1 pour les constituants doit être respectée. Une seule réponse a été mesurée, il s'agit de la résistance à la déformation « indentation » mesurée en 1/10mm. Celle –ci a été mesurée conformément à la norme NF EN 12679-21. En s'appuyant sur le cahier de charge des prescriptions administratives et techniques communes aux asphaltes coulés [90], une proportion des matériaux (facteurs) en pourcentage massique et leurs limites sont présentés dans la Tableau III-1. Les points expérimentaux du plan de mélange au sein du domaine sont présentés dans la

Tableau III-1 Limite facteurs du plan de mélange

Composant	Nom	Unité	Minimum	Maximum
A	Bitume	%	18	22
B	Filler	%	29.4	42
C	Sédiment	%	0	12.6
D	Sable	%	40	40

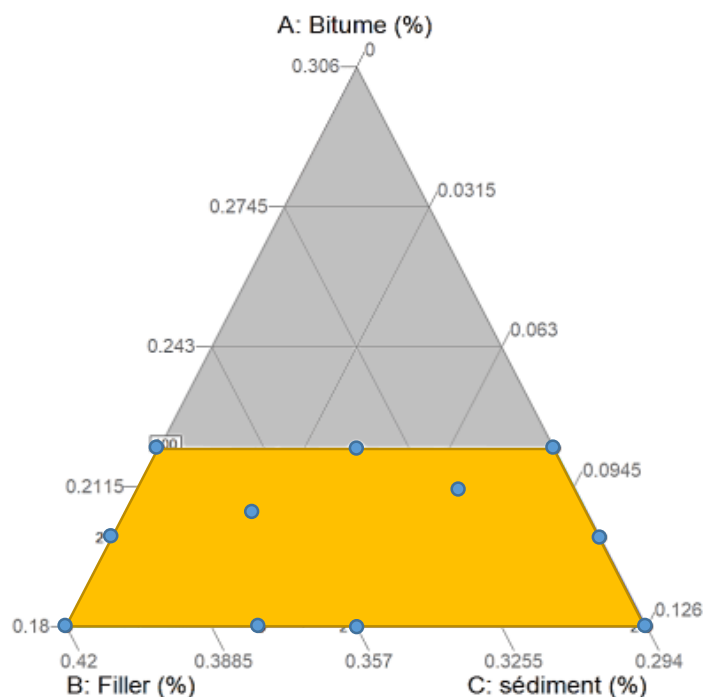


Figure III.3 Domaine et point expérimentaux du plan de mélange au sein du domaine d'étude

III.2.5. Plan de mélange des asphaltes coulé d'étanchéité (AP1)

Le plan expérimental est adopté pour cette étude afin d'optimiser la substitution des fillers issus des sédiments de dragage utilisés dans la matrice de l'asphalte coulé d'étanchéité type (AP1). Ce type d'asphalte nommé asphalte pure contient du liant bitumineux de grade 35/50, filler calcaire et du sable 0/2 (mm). En effet, la substitution sera effectuée au niveau de filler calcaire par les fillers sédiments. Huit mélanges ont été proposés par le plan d'expérience (Tableau III-2).

Tableau III-2 Composition des points du domaine expérimental

Point	Bitume	Filler	sédiment	sable
M1	18,00%	35,70%	6,30%	40,00%
M2	18,00%	29,40%	12,60%	40,00%
M3	18,00%	37,80%	4,20%	40,00%
M4	22,00%	29,40%	8,60%	40,00%
M5	21,00%	32,05%	6,95%	40,00%
M6	20,67%	36,47%	2,87%	40,00%
M7	20,00%	29,40%	10,60%	40,00%
M8	22,00%	33,70%	4,30%	40,00%

III.3. Matériaux et méthodes

III.3.1. Matériaux

III.3.1.1. Le bitume

Le bitume utilisé est un bitume de qualité standard « 35/50 Nybit 40 » et un autre « Totale 50/70 » destiné pour la production des asphaltes coulé. Le Tableau III-3 résume les propriétés physiques et rhéologiques des bitumes. Nybit 40 et Total 50/70 sont des bitumes routiers conformes à la norme EN 12591 ainsi qu'aux spécifications définies par Nynas.

Tableau III-3 propriétés des bitumes utilisés

Propriété	Norme	Unité	[Min- Max]	
Bitume type			35/50	50/70
Pénétration à 25 C°	EN 1426	0,1m m	[35,0-50]	[50-70]
Point de ramollissement (méthode anneau et bille)	EN 1427	C°	[50,0-58]	[46-54]
Masse variation	EN 12607-1	%	0.5	0.5
Point de ramollissement augmenté	EN 1427	C°	8.0	<9
Pénétrabilité restant à 25C°	EN 1426	%	53,0	>48
Viscosité dynamique à 60C°	EN 12596	Pa.s	225,0	
Viscosité cinématique à 135C°	EN 12595	mm ² /s	370,0	
Point de rupture de Fraas	EN 12593	C°	240	230
Densité	EN 15326	g/cm ³	1,0-1.1]	1.025
Solubilité	EN 12592	%	99,0	99,0

III.3.1.2. Sable

Selon la norme qui encadre la production des asphalte d'étanchéité NF EN 12970 Déc. 2000 les sable utilisés dans les mélanges d'asphalte coulé type (AP1) sont des sables roulés de diamètre 0-2 (mm) et respectant la norme NF P 18-545 Article 10 - EN 12620 et EN 13139.

III.3.1.3. Filler calcaire

Le filler calcaire est principalement de nature calcaire pure utilisé dans les asphaltes coulés d'étanchéité fourni par l'entreprise Nord Asphalte dans des sacs de 25 Kg fabriqué par la société Carbocia situé dans le nord de la France. Le filler respecte la norme NFP 18-805 et EN 12-620+A1 catégorie AF,

III.3.1.4. Filler Sédiment

Quatre sédiments fluviaux, de provenances différentes, sont utilisés en tant que filler dans cette étude : Aire-sur-la-Lys (ASL), Communauté Urbaine d'Arras (ARS), Métropole Européenne de Lille (MEL) et Noyelles-sous-Lens (NSL). Ces sédiments ont été déjà caractérisés dans le chapitre précédent. Le choix de ces sédiments a été fait selon la classe granulaire, la composition chimique et la présence de la matière organique.

III.3.2. Traitement des sédiments

Les sédiments ont été soumis à des traitements physiques, par un broyage à 125 μ m à l'aide d'un broyeur à fléaux model Retsch SK300 (Figure III.4) afin de les employer en tant que fillers dans la matrice d'asphalte coulé.

Un traitement thermique a été adopté en utilisant un four de calcination à une température de 550° C pour une durée de 3 heures. La calcination concerne les deux sédiments organiques (MEL) et (NSL). Ce traitement a pour but d'éliminer la quasi-totalité de la matière organique [34]. Ces sédiments par la suite nommés (MELC) et (NSLC).

Le traitement chimique des sédiments par la chaux vive (CaO) a été effectué afin d'améliorer certaines propriétés physiques et rhéologiques de la matrice. Les sédiments broyés, fillers calcaires et sable sont présentés dans la (Figure III.5). Vu la couleur de ces sédiments préparés, on constate que les sédiments (NSL) et (MEL) ont une couleur sombre par rapport aux sédiments (ASL) et (ARS) qui peut être expliqué par la présence de la matière organique. Par ailleurs les sédiments MELC et NSLC, qui ont subi un traitement thermique à 550C°, ont une couleur claire par rapport à celle de bruts (Figure III.6).



Figure III.4 A droite : Four Nabertherm, A gauche Broyeur à fléaux Sk300 Retsch

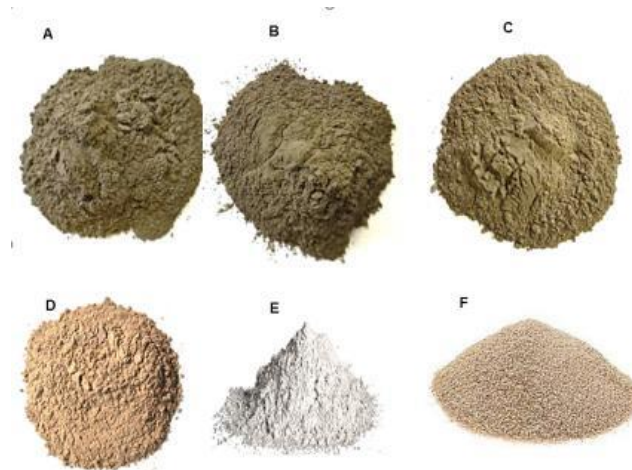


Figure III.5 A: (MEL) B:(NSL), C :(ARS), D(ASL), E:(Filler calcaire), F : (sable roulé 0/2mm)



Figure III.6 A gauche : MELC, A droite : NSLC

III.3.3.Caractérisation physico chimique des fillers

III.3.3.1.La teneur en matière organique

La teneur en matière organique des sédiments bruts a été déjà quantifiée dans le chapitre 2. La matière organique des fillers sédiments bruts, traités à la chaux et calcinés à 550C° sont présentés dans la Figure III.7. Les sédiments bruts présentent des éléments organiques avec des teneurs qui varient de 5 à 13(%) : $ASL < ARS < MEL < NSL$. En effet les sédiments traités à 3% de chaux vive (CaO) présentent une diminution légère de la teneur en matière organique qui peut être expliquée par la consommation partielle de cette matière organique par la réaction avec de la chaux. En outre la visualisation par flottation a été rajoutée afin de visualiser et confirmer la présence de cette matière organique. Le principe consiste à mettre des quantités de sédiment identiques de sédiments dans un tube transparent contenant de l'eau déminéralisée, une agitation manuelle est réalisée pour avoir une solution homogène, ensuite on laisse les tubes pendant 24 heures avant la lecture du niveau d'espèces flottantes. La Figure III.8 présente les résultats de cet essai. Les résultats montrent que les sédiments MEL et NSL sont les plus organiques par rapport aux sédiments ARS et ASL. En effet les sédiments calcinés à 550C° présentent aucun élément flottant ce qui signifie la propreté de ces sédiments.

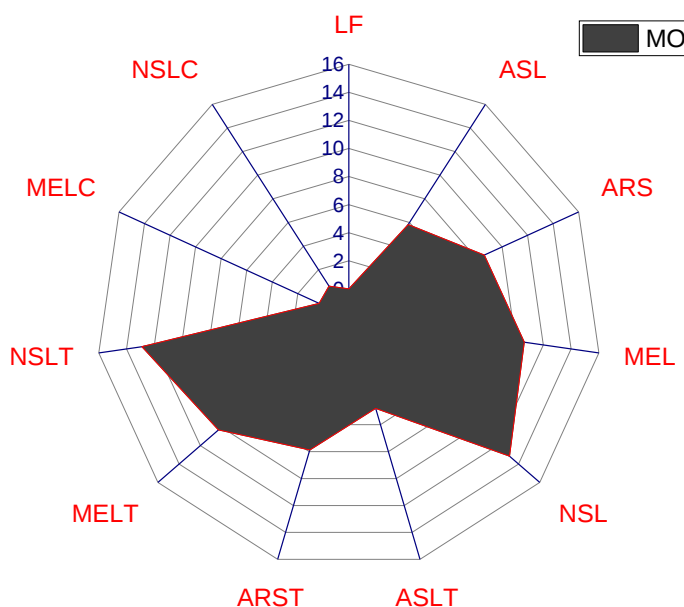


Figure III.7 la teneur en matière organique des fillers sédiments



Figure III.8 Teneur de la matière organique par flottement

III.3.3.2. L'acidité et l'alcalinité des fillers

Les sédiments de dragage sont issus de différents origines et peuvent contenir des constituants aussi différents qui conduit effectivement à avoir de comportement acide ou alcalin .Un essai de pH a été effectué sur les solutions (filler sédiment – eau déminéralisée) avec un rapport massique de (1 : 2.5) [109], soit 10g de filler et 25 g respectivement. La solution est homogénéisée à l'aide d'un agitateur automatique .le pH a été mesuré à l'aide d'un PH mètre à sonde (Figure III.9)



Figure III.9 (à gauche) Solution eau déminéralisé et fillers (à droite) Essai de PH

Les résultats de l'essai de pH sont présentés dans la Figure III.10. On s'est aperçu que les sédiments bruts dans l'ensemble ont des pH moyens. En revanche les sédiments (MEL=6.86) et (NSL= 6.63) sont légèrement acide par rapport aux sédiments (ARS=7.41) et (ASL=7.1).

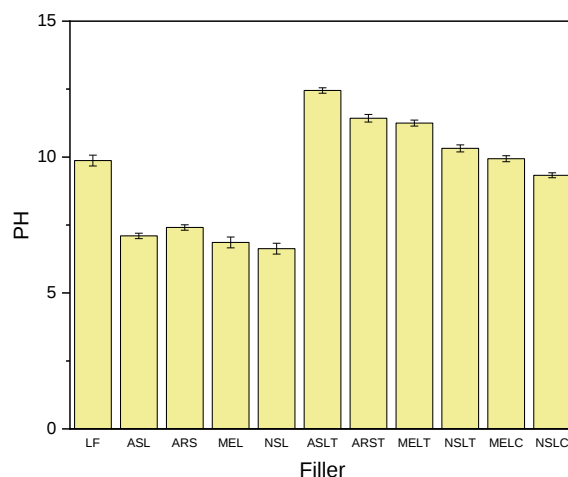


Figure III.10 pH des fillers

Ces valeurs peuvent être traduites à l'aide d'une corrélation « pH - matière organique » illustrée dans la Figure III.11. On remarque une forte tendance entre la matière organique et le pH avec une régression $R^2=82\%$ et 90% . Cela affirme que plus le sédiment est organique plus l'acidité du sédiment augmente, par ailleurs la minéralogie des sédiments peut aussi contribuer à une partie de cette acidité causée souvent par la calcite (CaCO_3) et la silice (SiO_2). Cependant les sédiments calcinés enregistrent une augmentation du pH, (MELC = 9.94) et (NSLC = 9.33) qui est due à l'élimination de la quasi-totalité de cette matière organique qui contient des teneurs importants d'acide humiques et fulviques. En revanche les sédiments traités à la chaux ont un caractère alcalin avec des pH compris de 10.32 à 12.45.

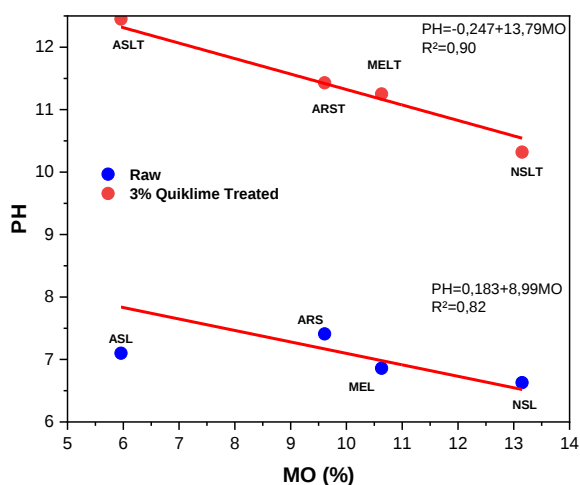


Figure III.11 Corrélation pH et matière organique

III.3.3.3. *Distribution granulométrique*

L'analyse granulométrique a été réalisée sur les sédiments traités (broyage –calcination –à la chaux CaO), ainsi que sur le filler calcaire à l'aide de l'appareil LS 13320 Beckmann Coulter en adoptant le model liquide. Afin d'éviter l'agglomération des particules lors de l'essai, une dilution est exigée avant la réalisation de l'essai. Chaque matériau est analysé par trois prélèvements différents afin d'assurer la répétabilité des résultats. Les résultats de l'analyse sont présentés dans la Figure III.12. Les courbes granulométriques des sédiments broyés, traités à la chaux et calcinés ont une granulométrie proche de celle du filler calcaire (lime stone). En effet on constate que les sédiments traités par calcination présentent plus de finesse par rapport à celles des sédiments bruts, 97 % et 99% des passant inférieur à 125 μ m pour MELC et NSLC respectivement contre 94 et 96 % pour les mêmes sédiments MEL et NSL en brute, donc la calcination permet d'améliorer la finesse des sédiments par l'élimination de la matière organique qui s'engage grossier le volume granulométrique de l'échantillon.

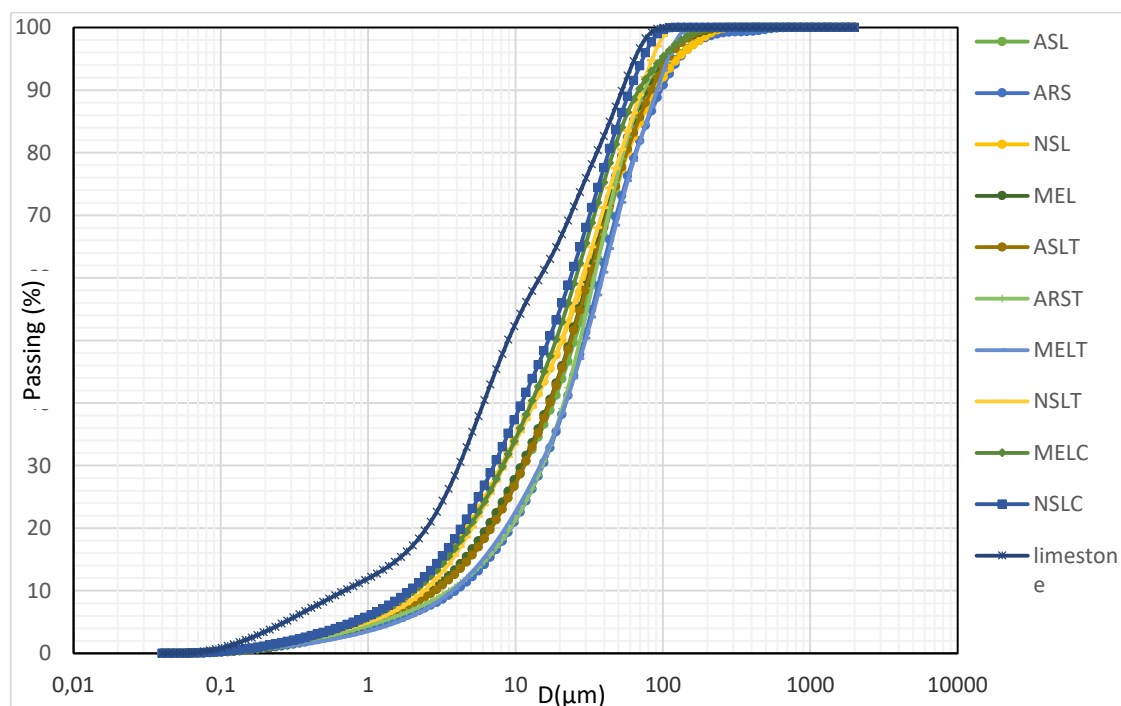


Figure III.12 Distribution granulométrique des fillers

III.3.3.4. *Masse volumique absolue*

Les masses volumiques absolues des sédiments broyés, traités ainsi que du filler calcaire ont été mesurés à l'aide d'un pycnomètre à hélium de type AccuPyc 13330 5 (Micromeritics) selon la norme NF EN 1097-7 2008. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau III-4.

Tableau III-4 Masse volumique absolue des fillers sédiments et calcaire

Matériaux	ASL	ARS	NSL	MEL	ASLT	ARST	MELT	NSLT	MELC	NSLC	LF
Masse volumique (g/cm ³)	2.61	2.53	2.39	2.45	2.59	2.49	2.43	2.34	2.71	2.72	2.76

Selon les résultats figurants dans le Tableau III-4, on constate que les sédiments seulement broyés ont des masses volumiques qui varient entre 2.39 (g/cm³) pour le sédiment NSL à 2.61 g/cm³ pour ASL. Les sédiments traités à la chaux vive (CaO) enregistrent des valeurs un peu plus faibles que les sédiments bruts causées par la porosité de la chaux. Néanmoins le sédiment ASLT enregistre la valeur la plus élevée avec 2.59 g/cm³. Cependant les sédiments calcinés à 550C° donnent des résultats meilleurs par rapport aux ceux de bruts par l'augmentation de leurs masses volumiques absolues sachant que le sédiment MEL passe de 2.45 à 2.71 g/cm³ et le sédiment NSL passe de 2.39 à 2.72 g/cm³. Ces valeurs sont très proches à celle du filler calcaire 2.76 g/cm³, ce qui signifie l'intérêt majeur du traitement thermique sur la masse volumique afin d'améliorer les propriétés de la matrice de l'asphalte coulé.

III.3.3.5. *Surface spécifique BET*

La surface spécifique du filler sédiment a été mesurée par BET (Brunauer-Emmett-Teller) qui permet d'évaluer la finesse des fillers sédiments. Dans cette étude la surface spécifique a été évalué par la mesure de l'adsorption d'azote suivant la norme NF EN ISO18757 [110], 2006 à l'aide de l'appareil model Micromertics Autopore IV 9505, en utilisant la méthode BET qui mesure la quantité de gaz inerte adsorbé par la poudre à très basse température (-196C°) sous faible pression afin de favoriser une meilleur adsorption .

D'après les résultats obtenus présentés dans le Tableau III-5, les fillers sédiments présentent une finesse très importante supérieure à 20000 (m²/g) qui dépasse même la valeur BET du filler calcaire qui est autour de 14519 m²/g En effet les sédiments calcinés ont des finesses plus élevées que les sédiments bruts et de ceux traités à la chaux et cela confirme les résultats de l'analyse granulométrie et la masse volumique absolue.

Tableau III-5 Résultats des analyses BET sur les fillers sédiment

Matériaux	ASL	ARS	NSL	MEL	ASLT	ARST	MELT	NSLT	MELC	NSLC	LF
BET (m ² /g)	31173	32718	55189	26711	46612	35351	29380	72854	63958	76903	14519

III.3.3.6. *Surface spécifique de Blaine*

La surface spécifique de Blaine ou la perméabilité de Blaine est couramment utilisée pour déterminer la surface spécifique des poudres de ciment et comme les fillers aussi ont des granulométries proches de celle des ciments, cette méthode est adoptée alors pour déterminer la finesse des fillers sédiments en s'appuyant sur la norme EN 196-6 et cela en observant le temps mis pour une quantité définie d'air pour traverser un lit de filler compacté de dimensions et de porosité spécifiée. La surface spécifique de Blaine est calculée par l'équation suivante :

$$S = \frac{52,43 \times K \times \sqrt{t}}{\rho} \quad (\text{cm}^2/\text{g})$$

Où

K est la constante de l'appareil

t est le temps mesuré en secondes

ρ est la masse volumique du ciment en (g/cm³)

Les résultats de l'essai de perméabilité de Blaine sont présentés dans le Tableau III-6. Les valeurs obtenues lors de l'essai montrent que tous les fillers sédiments ont des finesses au-dessus ou proche de celle de filler calcaire (filler témoin S = 2230 g/cm²). On observe notamment que les deux sédiments (NSL) et (MEL) ont des surfaces spécifiques un peu élevées. Les mêmes sédiments qui sont soumis à la calcination (NSLC) et (MELC) enregistrent des surfaces spécifiques plus élevées. Cependant les résultats de l'essai confirment les résultats obtenus par surface BET, et pour conclure on peut dire que tous les sédiments ont une finesse suffisante.

Tableau III-6 surface spécifique de Blaine des fillers sédiments

Matériaux	ASL	ARS	NSL	MEL	ASLT	ARST	MELT	NSLT	MELC	NSLC	LF
Blaine surface (g/cm ²)	2642	2373	2713	2800	2852	2394	2518	3341	2940	3616	2230

III.3.3.7. Porosité du filler sec compacté (Rigden void)

La porosité du filler sec définit comme étant un volume de l'espèce rempli d'air dans le filler, exprimé en pourcentage du volume total du filler après compactage selon une méthode normalisée. Rigden a introduit ce nouveaux concept qu'il a appelé le « concept des vides fractionnaires », il a considéré cette porosité comme l'asphalte requis pour combler les vides dans le lit sec compacté est « l'asphalte fixe » (Figure III.13), tandis que l'asphalte en excès de cette quantité a été définit comme « asphalte libre ». Plusieurs études ont conclu que cette valeur d'essai était étroitement liée au pouvoir de raidissement des fillers [111][112][113][114]. En effet Rigden a indiqué que le pourcentage de l'asphalte libre est un facteur majeur qui définit la consistance du système rempli [115].

Dans cette étude, les vides fractionnaires « Rigden Voids » sont calculé selon la norme Européen EN 1097-4 et à l'aide de l'appareil Rigden (Figure III.13), le principe de l'essai est de déterminer le volume du filler compacté par la hauteur de la couche de filler. En utilisant la masse volumique réelle du filler, on calcule le pourcentage de porosité inter granulaire du filler compacté suivant la formule suivante :

$$v = \left(1 - \frac{4 \times 10^3 \times m_2}{\pi \times \alpha^2 \times \rho_f \times h} \right) \times 100$$

où :

- v est la porosité intergranulaire, en pourcent ;
- m_2 est la masse du filler compacté, en grammes ;
- α est le diamètre intérieur de l'ensemble mobile, en millimètres ;
- ρ_f est la masse volumique réelle du filler, en mégagrammes par mètre cube ;
- h est la hauteur du filler compacté, en millimètres.

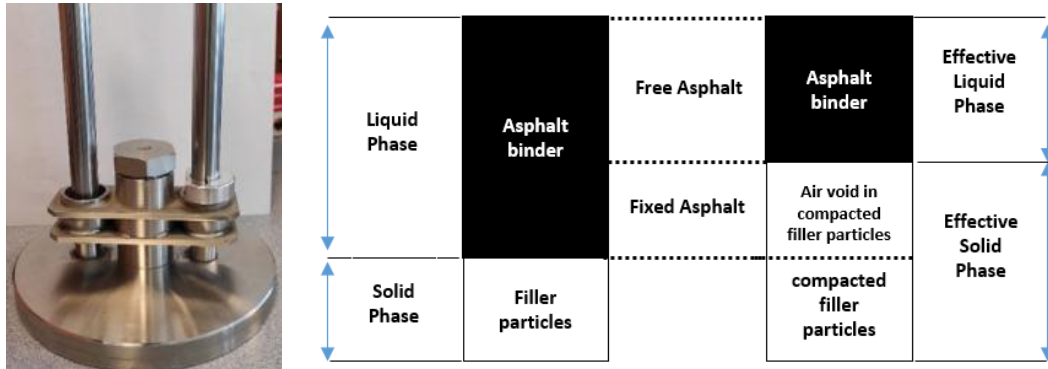


Figure III.13 Appareil de Rigden (à gauche) Concept de l'asphalte fixe et l'asphalte libre (à droite)

Les résultats de l'essai sont présentés dans le Tableau III-8 montrent les différentes valeurs de porosité inter granulaire (RV) qui varient entre 43 à 53 %. Les sédiments bruts dont le sédiment (ASL) qui enregistrent la bonne valeur parmi les quatre, avec 45 % qui rapprochent de la valeur obtenue par le filler calcaire (43%), alors que le sédiment NSL donne une valeur la plus éloignée, du filler calcaire 50%. En effet les sédiments traités à la chaux présentent des vides relativement élevés, environs 2% de plus par rapport aux sédiments bruts Les sédiments calcinés (MELC) et (NSLC) présentent une amélioration des porosités inter granulaires autour de 47 et 48 % ce qui signifie l'effet positif de la calcination de ces sédiments. Selon les résultats obtenus présentés dans la Figure III.14, les catégories des fillers utilisés dans cette étude sont classées selon la norme NF EN 13043 dans le Tableau III-7. Selon cette classification on peut considérer que le sédiment ASL et le filler calcaire les seuls qui partagent la catégorie V38/45. Cette catégorie rentre dans la plage admissible selon les directives françaises sur la spécification de la teneur en vides de Rigden figurant dans « The Use of Standards for Hot Mixtures (Setra, 2008) »[116], et la norme EN 13043[117], tous les résultats devraient se situer dans cette plage de spécifications. Cependant la connaissance de la quantité de vides intergranulaire peuvent à s'en servir dans la conception du mélange d'asphalte par l'estimation de la quantité de bitume libre qui sert à l'ouvrabilité du mélange.

Tableau III-7 Catégories de porosité d'un filler sec compacté

Pourcentage en volume		Catégorie v
Limites inférieures et supérieures des résultats individuels	Étendue maximale de porosité déclarée par le fournisseur ^{a)}	
28 à 38	4	V _{28/38}
38 à 45	4	V _{38/45}
28 à 45	4	V _{28/45}
44 à 55	4	V _{44/55}
Non requis	Non requis	V _{NR}

Tableau III-8 Résultats des vides inters granulaire (RV)

Matériaux	ASL	ARS	NSL	MEL	ASLT	ARST	MELT	NSLT	MELC	NSLC	LF
RV (%)	45	47	50	49	47	48	51	53	47	48	43
Catégorie	V _{38/45}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{44/55}	V _{38/45}

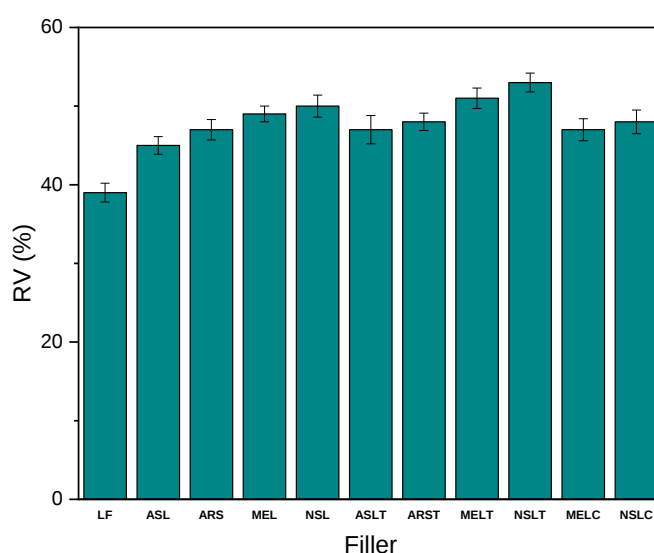


Figure III.14 Résultats d'analyse « vides inter granulaire des fillers » (RV)

-Les propriétés rhéologiques des asphaltes sont très importantes afin d'assurer la bonne consistance des matrices d'asphaltes surtout dans les asphaltes coulés car ce type il est auto compactant. Une tendance à la hausse entre le Rigden Voids et la matière organique avec une régression $R^2=53\%$ est observée, et plus le filler est organique plus la porosité est importante Figure III.15 et cela implique l'augmentation de la demande en bitume.

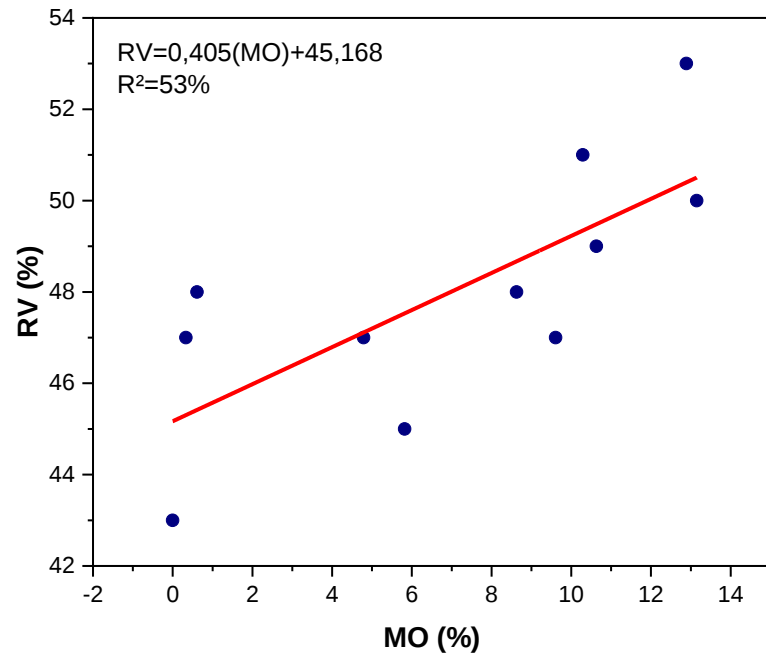


Figure III.15 Corrélation matière organique et Rigden Voids (RV)

-Les vides fractionnels (Rigden Voids) des fillers ont une tendance inversement proportionnelle avec leur masses volumiques (Figure III.16), on constate également que plus la masse volumique est élevée plus les vides fractionnels sont réduits, cette diminution des vides fractionnels servira à l'obtention de meilleures propriétés rhéologiques de la matrice.

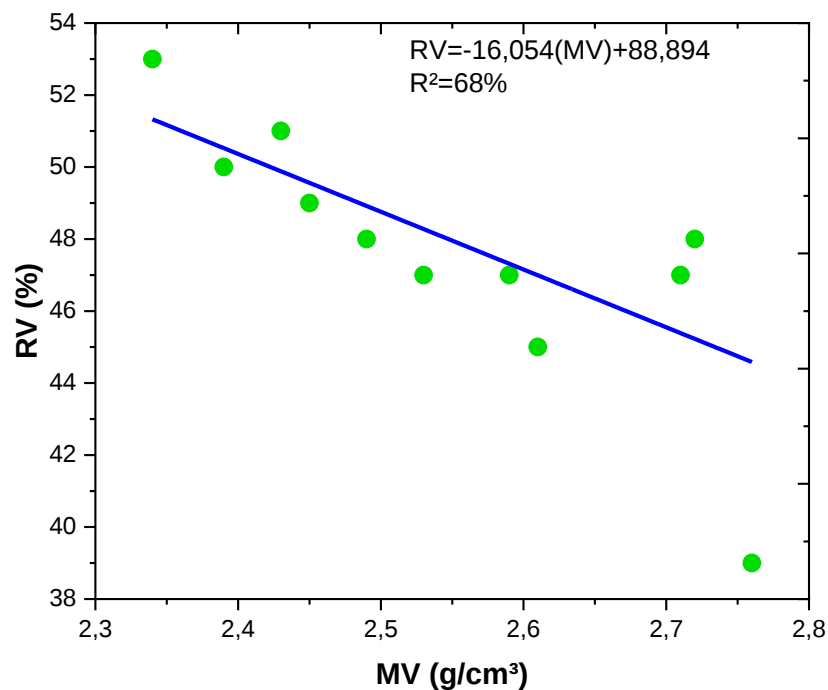


Figure III.16 Corrélation Masse volumique et Rigden Voids (RV)

III.3.3.8. Détermination du pouvoir absorbant des fillers

La détermination du pouvoir absorbant des fillers permet d'étudier le comportement d'un mélange fines-bitume lorsque la proportion des fines croît. L'essai est réalisé conformément à la norme NF P 98-256-1 et consiste à placer un échantillon de bitume d'environ 15 g dans une coupelle et maintenu à une température de $150\text{C}^{\circ} \pm 5\text{C}^{\circ}$. Le filler tamisé à $80\mu\text{m}$ est alors incorporé progressivement avec un dosage de 4 à 8 g/min, ensuite malaxé manuellement à l'aide d'une spatule métallique au rythme de 1 à 2 tour/seconde jusqu'à l'obtention d'un mélange friable (filler-bitume) comme le montre la Figure III.17.

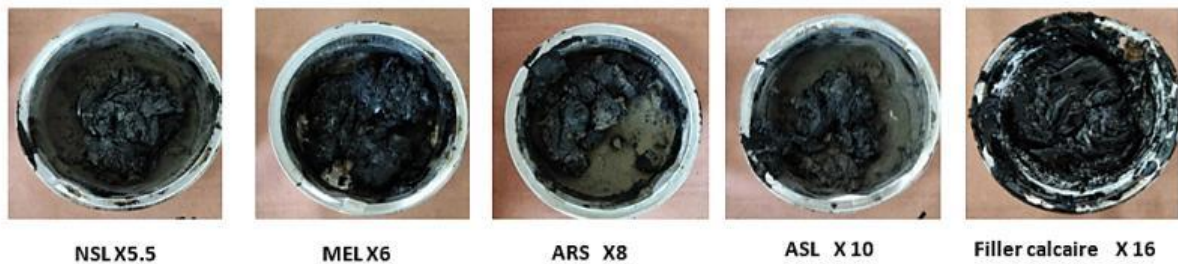


Figure III.17 Essai d'absorption filler - bitume

Le calcul du pouvoir absorbant est donné par la formule suivante :

$$P.A = \alpha \cdot m$$

Avec $\alpha = \frac{2.65}{MVR_f}$ Où MVR_f : la masse volumique réel du filler m : la masse du filler rajouté

Le pouvoir absorbant permet ensuite l'évaluation de ce qu'on appelle le rapport filler/bitume (max), exprimé en volume, suivant la formule suivante :

$$f/b_{\max} = \frac{\rho_b \cdot PA}{15 \cdot 2.65} \quad \text{Où} \quad \rho_b : \text{la densité du bitume.}$$

Les résultats de l'essai de mesure du pouvoir absorbant des fillers utilisés dans la matrice d'asphalte sont présentés dans la Figure III.18. Il est à noter que plus le rapport $f/b_{\max}$ est élevé plus l'absorption du filler est faible. Les résultats montrent que le rapport filler/bitume maximal (en volume) varie en fonction du type de filler rajouté au bitume. En effet les rapports $f/b_{\max}$ concernant la catégorie des sédiments bruts, il s'avère que le filler (ASL) présente la meilleure valeur, avec un rapport de 0.96. L'absorption est plus importante respectivement pour les sédiments ARS, MEL et NSL. Pour les sédiments traités à la chaux on constate une légère amélioration de l'absorption, le sédiment ASL passe de 0.96 à 1.06, le NSL passe de 0.63 à 0.71. Cette amélioration peut s'expliquer par la réaction entre la chaux et la matière organique (réaction des acides humiques avec la chaux pour former des humâtes de calcium). Enfin, les sédiments

calcinés présentent des valeurs d'absorption les plus faibles par rapport aux sédiments bruts (Tableau III-9). Concernant le sédiment NSL le rapport f/b (max) passe de 0.63 (sédiment brut) à 0.91 (sédiment calciné). Ceci confirme que l'absorption du bitume est liée principalement à la matière organique présente dans les sédiments. Alors on peut déduire que plus le sédiment est organique plus le rapport f/b (max) est faible et plus l'absorption est élevée.

Tableau III-9 Résultat de l'essai d'absorption

Filler	NSL	NSLC	NSLT	ASL	ASLT	ARS	ARST	MEL	MELC	MELT	LS
f/bmax (Volume)	0,63	0,91	0,71	0,96	1,06	0,8	0,87	0,68	0,97	0,74	1,58
f/bmax (mass)	1,52	2,48	1,38	2,76	2,48	2,21	2,07	1,65	2,62	1,72	4,41

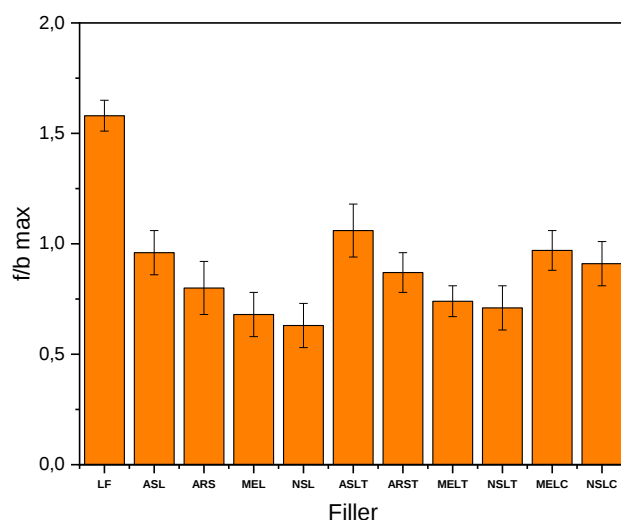


Figure III.18 Rapport filler/bitume (max)

D'après la Figure III.19 une tendance inversement proportionnelle entre le rapport f/b (max) et le taux des matières organiques est observée. Cependant on trouve un coefficient de régression de $R^2=60\%$. On peut déduire que « plus le filler est organique plus l'absorption est importante », ce qui fait perdre l'ouvrabilité/fluidité de la matrice d'asphalte.

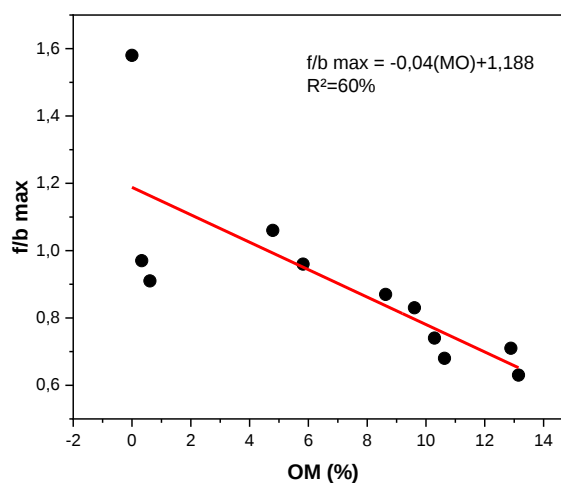


Figure III.19 Corrélation f/b(max) et matière organique

Comme indiqué précédemment, la minéralogie des fillers peut aussi influencer l'absorption ou bien le rapport f/b (max). En effet, selon l'étude de V. Antunes et al [111], il existe une relation assez linéaire entre la teneur en SiO₂ dans les fillers et l'ouvrabilité de l'asphalte. Plus cette teneur en SiO₂ est élevée plus la fluidité du mélange sera faible.

III.3.4. Formulation des asphaltes coulé d'étanchéité

III.3.4.1. Préparation de l'asphalte coulé

Les asphaltes coulés d'étanchéités ont été formulés selon la norme NF EN 12970 Déc. 2000 [69]. Les principaux composants du mélange sont un bitume 35/50, de filler calcaire, des fillers sédiments et un sable 0/2. Le protocole de formulation a été réalisé conformément à la norme NF EN 12697-35 [118].

L'asphalte coulé préparé suivant la méthode évoquée précédemment et suivant les étapes suivantes :

- Echauffement du malaxeur jusqu'à la température recommandée pour les asphaltes coulés type étanchéité c.à.d. 230C°,
- Echauffement du liant bitumineux dans une étuve ventilée réglée à 160C°,
- Etuvage des granulats fillers et sable dans une étuve ventilée réglée à 105C° afin d'éliminer l'humidité dans ces matériaux,
- Introduction du bitume dans le malaxeur en rajoutant ensuite le filler afin d'obtenir un mastic d'asphalte,
- Introduction du sable dans le malaxeur,
- Le malaxage sera maintenu jusqu'à ce que tout le mélange devienne homogène et atteigne la température de 230C°.

L'étape suivante concerne la confection des galettes d'asphalte coulé dans des moules cylindriques de 150mm x 150mm x 25mm (Figure III.20). Il est recommandé d'utiliser un agent anti-adhérent ou un papier cuisson pour éviter la fracture des éprouvettes lors du démoulage.

III.3.4.2. Essai mécanique (Indentation)

La résistance à la déformation par indentation est le seul essai mécanique utilisé dans les unités de fabrication de l'asphalte coulé d'étanchéité pour contrôler la qualité/conformité des formulations [119]. L'essai permet de mesurer l'indentation d'un asphalte coulé à l'aide d'un poinçon normalisé cylindrique à embout plat circulaire, sous une charge et température appropriée pour chaque application. En effet l'éprouvette ou la galette d'asphalte doit être immergée dans un bain d'eau thermostaté pendant au moins 60 minutes. Lors de l'essai, la galette doit être placée sous l'appareil (Figure III.20) et la surface non moulée orientée vers le haut. La charge et la température appliquée sont résumées dans le Tableau III-10.

Tableau III-10 Conditions d'essai d'indentation

Paramètre	Type			
	Essai W ^a	Essai A ^a	Essai B ^a	Essai C ^b
Température	25 °C, 35 °C, 45 °C	25 °C	40 °C	25 °C, 35 °C, 40 °C
Surface du poinçon	31,7 mm ²	500 mm ²	500 mm ²	100 mm ²
Charge appliquée	(311 ± 2) N	(515 ± 3) N	(515 ± 3) N	(515 ± 3) N
Durée d'application de la charge	70 s	6 min	31 min	31 min
Mesure entre	10 s et 70 s	1 min et 6 min	1 min et 31 min	1 min et 31 min
^a Les essais W, A et B concernant les asphaltes coulés sont utilisés pour les couches de chaussées et les étanchéités. ^b L'essai C concernant les asphaltes coulés est utilisé pour les chapes et les revêtements de sols <i>in situ</i> dans les bâtiments et pour certaines applications routières.				



Figure III.20 Formulation des éprouvettes de l'asphalte coulé d'étanchéité pour essai d'indentation

III.3.4.3. Étude de formulation des asphaltes coulés à base de sédiments

Pour notre cas d'étude qui concerne l'optimisation des taux d'incorporation des fillers sédiments dans les formulations d'asphaltes purs, trois facteurs ont été considérés, à savoir les proportions massiques du bitume (X1), des fillers calcaires (X2) et des sédiments (X3). Les proportions de ces différents constituants ont été définies selon les recommandations du fascicule 12 de l'Office des asphaltes. Le pourcentage massique de bitume dans les formulations était compris entre **18 et 22%**, pour les fillers étaient compris entre **28 et 42%**, et pour les sédiments compris entre **0 et 12.6%** (soit 30% du filler totale).

Le tableau ci-dessous présente l'ensemble de formulations proposées par l'utilisation des plans de mélange.

Tableau III-11. Formulations proposés par le plan de mélange, incorporant les sédiments

Mélange	Bitume (%)	Filler calcaire (%)	Sédiment (%)	Sable (%)
M1	18,00	35,70	6,30	40,00
M2	18,00	29,40	12,60	40,00
M3	18,00	37,80	4,20	40,00
M4	22,00	29,40	8,60	40,00
M5	21,00	32,05	6,95	40,00
M6	20,00	36,47	2,87	40,00
M7	20,00	29,40	10,60	40,00
M8	22,00	33,70	4,30	40,00

III.3.5. Résistances à la déformation par indentation

III.3.5.1. Analyse de la variance (ANOVA)

L'analyse de la variance (ANOVA) est un ensemble de modèles statistiques utilisés pour tester la signification de chaque variable du modèle. Une ANOVA a été réalisée pour vérifier l'adéquation du modèle choisi. Le modèle est considéré comme statistiquement significatif lorsque la valeur F (test de Fisher-Snedecor), qui évalue la variance du terme avec la variance résiduelle, est beaucoup plus grande que la valeur critique pour une valeur p significative ($\alpha \leq 0,05$). Le Tableau III-12 présente les propriétés statistiques des réponses : la moyenne, la valeur F, la valeur p, l'écart type et le R^2 . La valeur F obtenue est significative à $p < 0,001$, indiquant moins de 0,1 % de chance qu'une valeur F aussi énorme puisse survenir à cause du bruit. Les valeurs R^2 supérieures à 0,9 suggèrent que les données sont ajustées de manière satisfaisante au modèle. Les faibles valeurs de l'écart type indiquent que les données sont concentrées autour de la moyenne.

Tableau III-12 Résultats pour les modèles de régression complète

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F Value	p-value Prob > F	R ²
ASL	8004,42	5	1600,88	172,92	< 0.0001	0.98
ARS	9249,28	5	1849,85	87,06	< 0.0001	0.96
MEL	9846,93	5	1969,39	59,31	< 0.0001	0.95
NSL	9790,15	5	1958,03	39,77	< 0.0001	0.95
ASLT	8118,26	5	1623,65	204,26	< 0.0001	0.99
ARST	9738,31	5	1947,66	207,88	< 0.0001	0.99
MELT	9406,33	5	1881,27	74,24	< 0.0001	0.97
NSLT	9833,32	5	1966,66	56,08	< 0.0001	0.96
MELC	9308,47	5	1861,69	98,36	< 0.0001	0.98
NSLC	9664,01	5	1932,80	72,27	< 0.0001	0.97
ASLB	9821,77	5	1964,35	40,95	< 0.0001	0.95
ASLTB	5770,11	5	1154,02	91,85	< 0.0001	0.97

III.3.5.2. Les résultats d'indentation des asphaltes coulés à base des sédiments bruts

Les résistances à la déformation par indentation des asphaltes coulés d'étanchéité type (AP1) ont été mesurées après 24 heures de leurs confections (Tableau III-13). D'après ces résultats les valeurs d'indentation des galettes d'asphaltes coulés varient selon le taux de substitution de sédiments dans la matrice donnée par le logiciel. Il apparaît également que l'indentation pour les mélanges sans apport de sédiments (formulations Référence) présentent les valeurs d'indentation acceptables (compris entre 70 et 100 ($1/10\text{mm}$) selon le cahier de charge des asphalte coulés [90]).

Les deux mélanges références présentent des résultats d'indentations acceptables sont le R1-35/50 (20% de bitume) et R3-35/50 (22% de bitume) avec des valeurs d'indentation de 75 et 105 ($1/10\text{mm}$), respectivement, par ailleurs la formulation référence R2-35/50 dont le taux de bitume est de 18% ne donne pas de résultats admissibles.

Les résultats d'indentation pour les trois premiers mélanges M1, M2 et M3, dont le pourcentage de bitume était fixé à 18% et des taux de substitution des fillers calcaires par les sédiments compris entre 10 et 30%, sont inférieurs à 40 ($1/10\text{mm}$), cela signifie que l'introduction des sédiments dans la matrice avec un taux faible de bitume ne donne pas des résultats satisfaisants. L'indentation des mélanges M4 avec un taux de bitume de 22% et un taux de substitution de 22% du filler calcaire par les sédiments présentent des valeurs acceptables uniquement avec le sédiment ASL (Figure III.21) par ailleurs les valeurs d'indentation des autres sédiments ne sont pas favorables. En effet le mélange M8 dont le taux de substitution est de 11 % permet aux sédiments ASL, ARS MEL et NSL d'avoir des indentations supérieures à 70 $1/10\text{mm}$. Globalement ces fillers sédiments peuvent avoir des indentations correctes seulement avec des teneurs en bitume maximales et des taux de substitution inférieurs à 11% hormis le filler ASL qui tolère jusqu'à 22 % de substitution.

Cependant le comportement des asphaltes vis-à-vis de l'indentation dépend principalement du taux de bitume dans les formulations et du taux de substitution des fillers sédiments.

Tableau III-13 Résultats indentation de l'asphalte coulé

Résistance à la déformation par indentation (Indentation 1/10mm)										
	ASL	ASLT	ARS	ARST	MEL	MELT	NSL	NSLT	MELC	NSLC
M1	32	35	27	30	22	26	20	26	35	30
M2	30	32	19	21	14	19	17	19	28	24
M3	34	40	31	36	24	27	23	25	31	27
M4	80	93	63	75	54	63	51	61	87	77
M5	68	75	58	70	53	59	48	52	70	62
M6	65	69	56	68	50	55	43	47	66	59
M7	52	55	33	39	28	33	25	29	44	34
M8	89	98	81	88	75	80	70	74	97	90

Tableau III-14 Résultat d'indentation de l'asphalte coulé sans sédiments

Mélange référence	Bitume	Filler	sédiment	sable	Indentation (1/10mm)
Ref-35/50	20,00%	40,00%	0,00%	40,00%	75
Ref-35/50	18,00%	42,00%	0,00%	40,00%	48
Ref-35/50	22,00%	38,00%	0,00%	40,00%	105

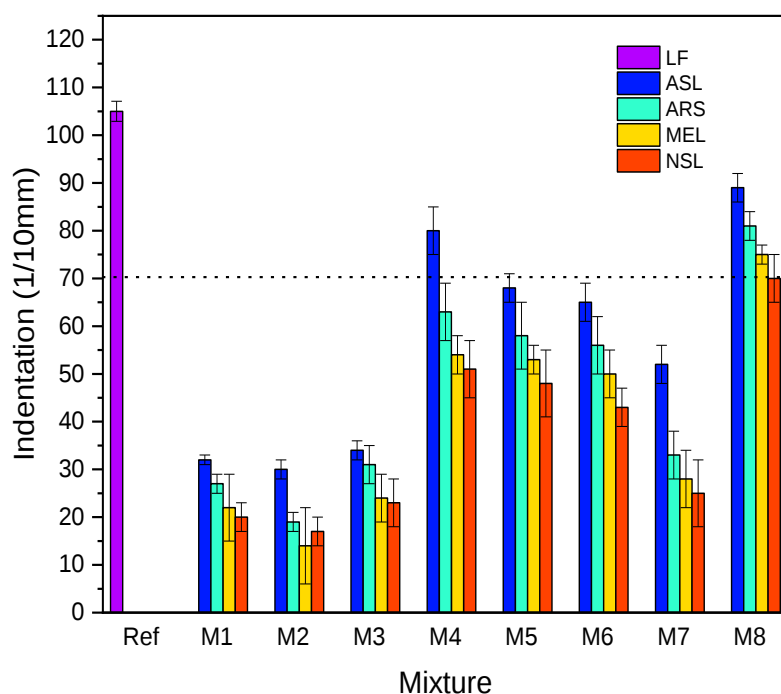


Figure III.21 Indentation de l'asphalte coulé à base de sédiments bruts

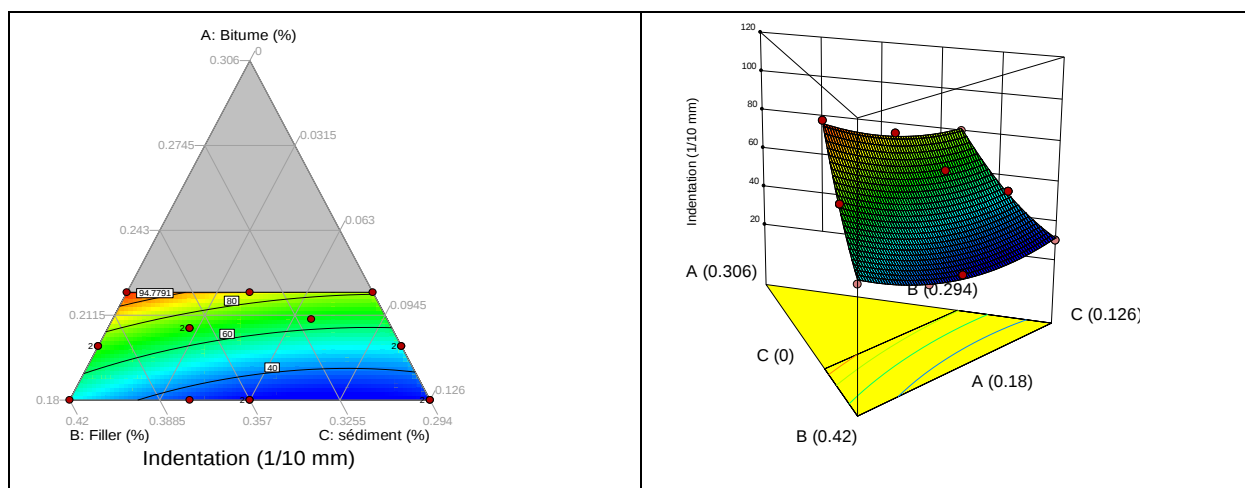


Figure III.22 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASL

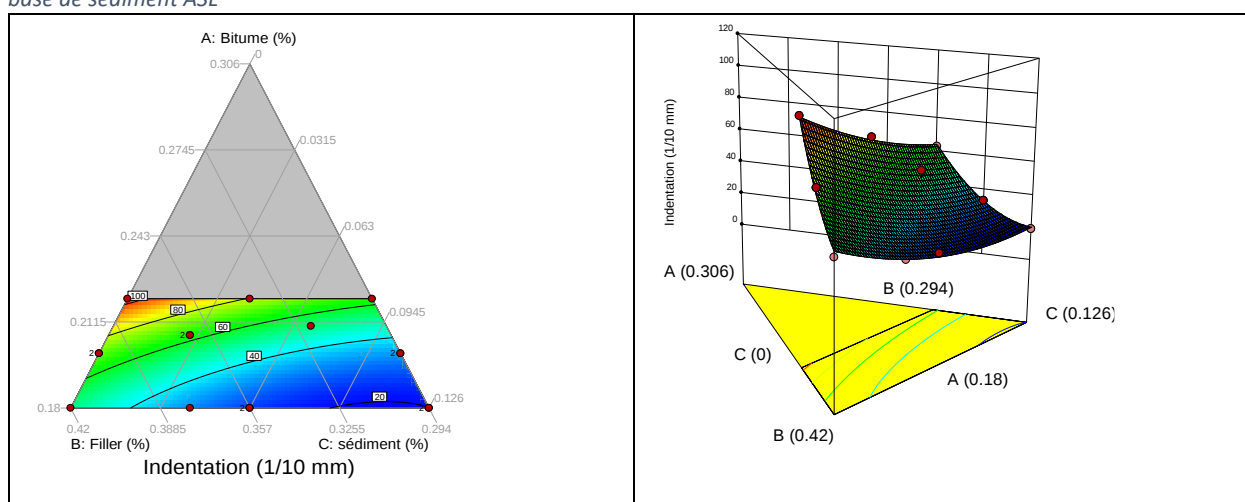


Figure III.23 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ARS

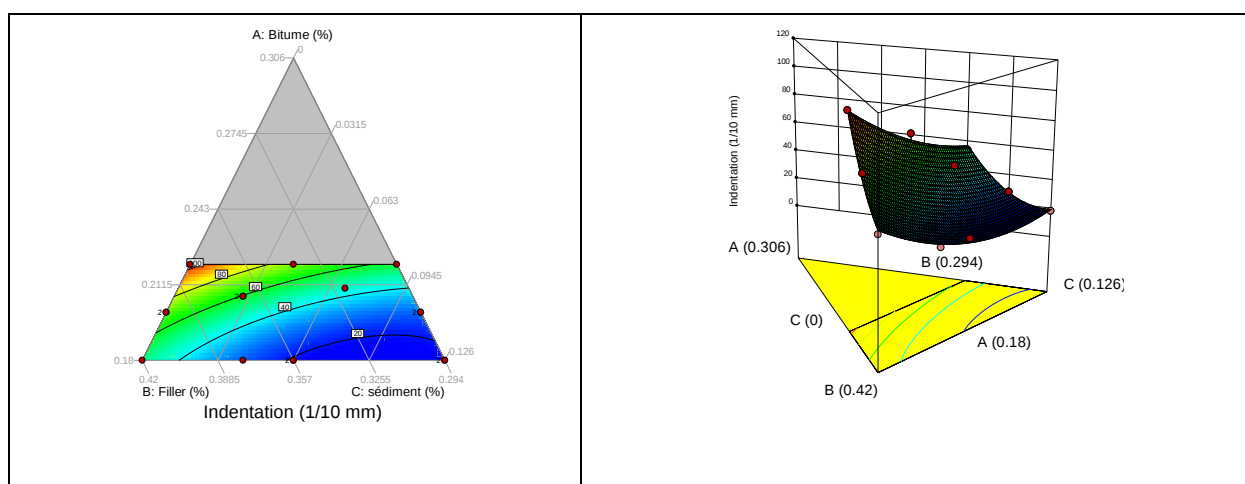


Figure III.24 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MEL

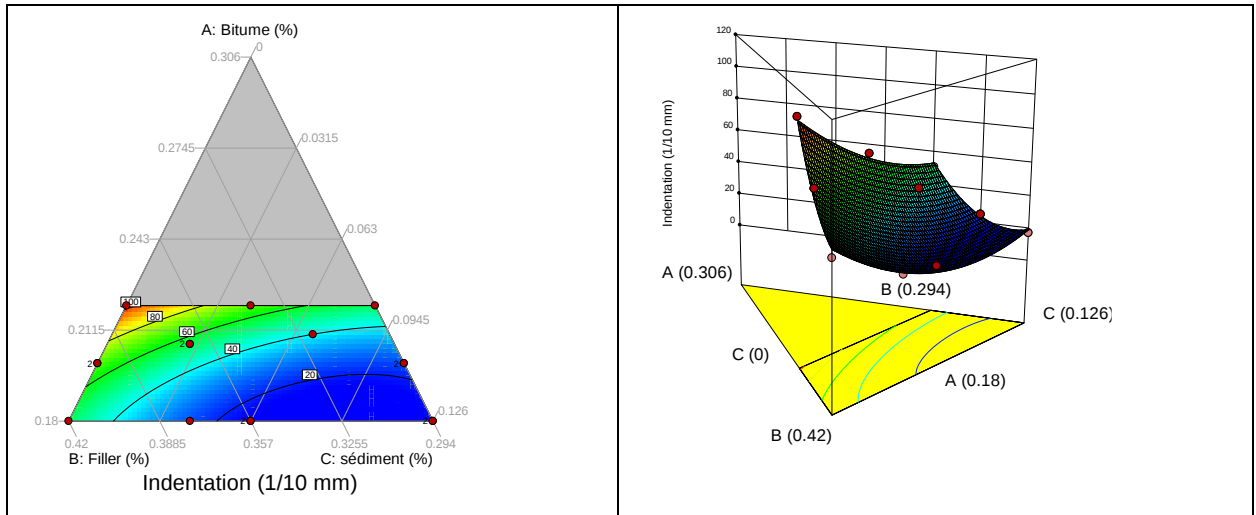


Figure III.25 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSL

III.3.5.3. L'effet de la calcination et le traitement à la chaux sur l'indentation des asphaltes coulés

D'après les résultats de l'indentation, présentés dans la Figure III.27, il s'avère que la calcination des sédiments (MELC et NSLC) a un effet positif sur l'indentation comparé aux résultats obtenus par les sédiments bruts (Figure III.21). La matière organique présente avec des taux massiques plus de 10% dans les sédiments bruts MEL et NSL ont un impact majeur sur l'évolution des vides inters granulaires (Rigden Voids) et la masse volumique absolue. Ces résultats ont été confirmés aussi avec les travaux Hamouche et Amar [120] [6]. Ces vides génèrent d'une part une demande plus importante du liant bitumineux et d'autre part, cette matière organique absorbe une partie du bitume recommandé, ce qui rend les matériaux trop rigides et par conséquent de faibles valeurs d'indentations enregistrés. En effet trois mélanges principaux de MELC et deux mélanges de NSLC qui sont favorable contre un mélange avec les sédiments MEL et NSL. On s'est aperçu que pour les mélanges M4 dont le taux de substitution est de 22 %, les valeurs d'indentations correspondent les deux sédiments calcinés MELC et NSLC sont de 87 et 77 $_{1/10mm}$ contre 63 et 54 $_{1/10mm}$ pour les mêmes sédiments à l'état bruts respectivement, cette amélioration d'indentation confirme l'impact de la matière organique sur l'indentation. (Figure III.26).

Par ailleurs on observe également l'effet positif du traitement des sédiments à la chaux vive sur la résistance à la déformation par l'indentation comme le montre la Figure III.26. Les indentations sur les galettes d'asphalte coulé présentent des augmentations considérables, comparées à celles des sédiments bruts. Les sédiments traités à la chaux entraînent l'augmentation du pH ce qui permet à court terme de réduire l'effet des matières organiques en créant de nouveaux composés humiques stables appelés les humâtes de calcium. Les pourcentages d'augmentation indentations

entre 6 et 19% données par les mélanges M4 et M8 à base des sédiments traités à la chaux sont présentés dans le Tableau III.15 ci-dessous.

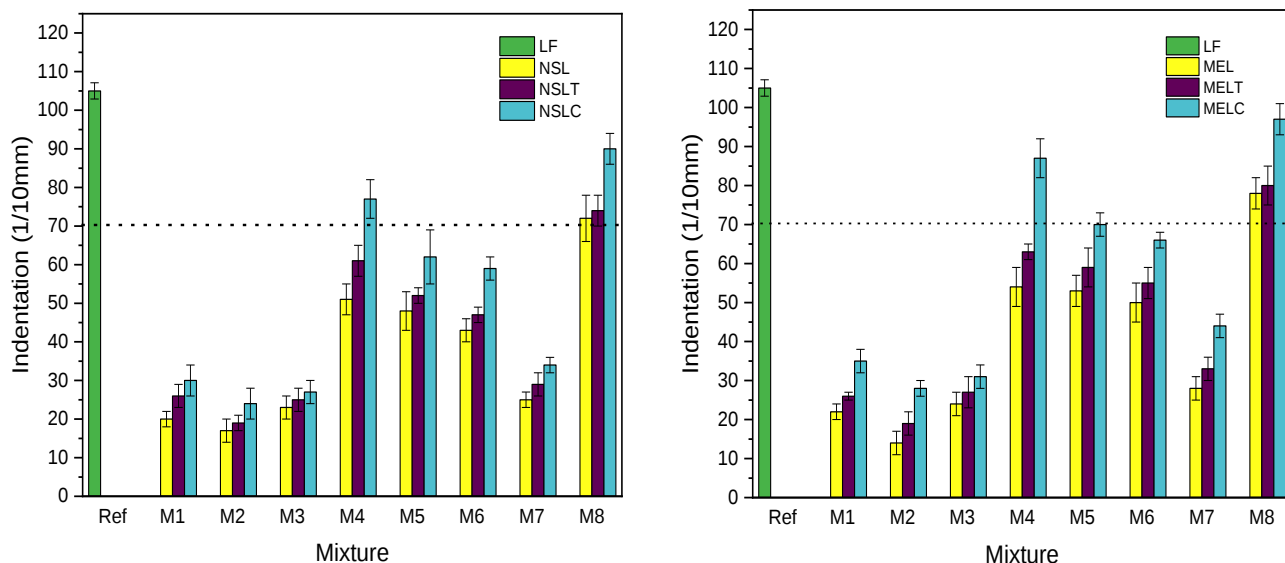


Figure III.26 Comparaison résultats indentation des sédiments calciné et traité à la chaux

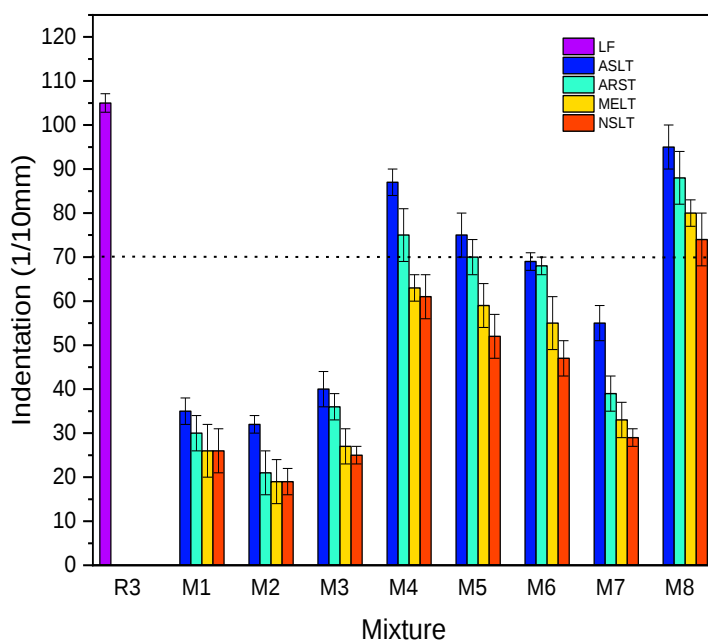


Figure III.27 Indentation de l'asphalte coulé à base de sédiments traité à la chaux

Tableau III-15. Pourcentage d'augmentation de l'indentation

Mélanges	Pourcentage d'augmentation de l'indentation (%)			
	ASLT	ARST	MELT	NSLT
M4	16	19	16	19
M8	10	9	7	6

D'après ces résultats, l'effet de traitement à la chaux vive de ces sédiments et le traitement thermique par calcination, il s'avère que les deux traitements ont un effet positif sur la croissance de l'indentation. Le traitement thermique par calcination présente une efficacité cruciale sur d'indentation. Les taux de croissance des résultats d'indentation pour les fillers sédiments traités à la chaux et calcinés par rapport à leurs états bruts présentés dans la Figure III.28, 76% et 86 % le pourcentage d'augmentation d'indentation pour les sédiments calcinés NSLC et MELC respectivement. Ces valeurs d'indentations interprètent et confirment la théorie et l'expérimentation de l'impact de la matière organique sur l'évolution de l'indentation des asphaltes coulés.

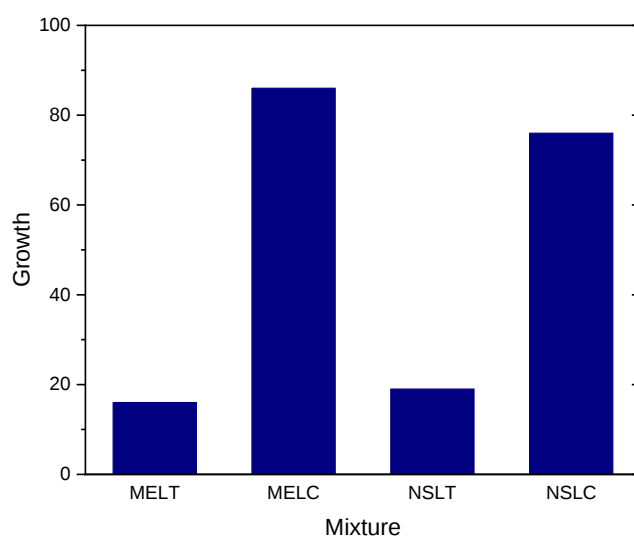


Figure III.28 Taux de croissance des indentations pour asphaltes à base des sédiments traités

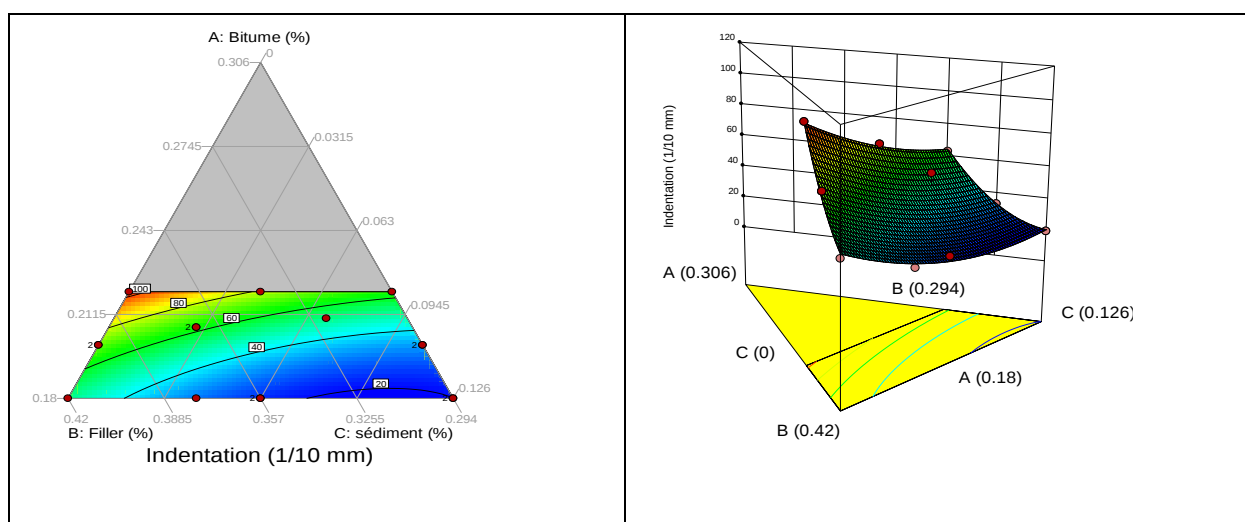


Figure III.29 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MELC (550°C)

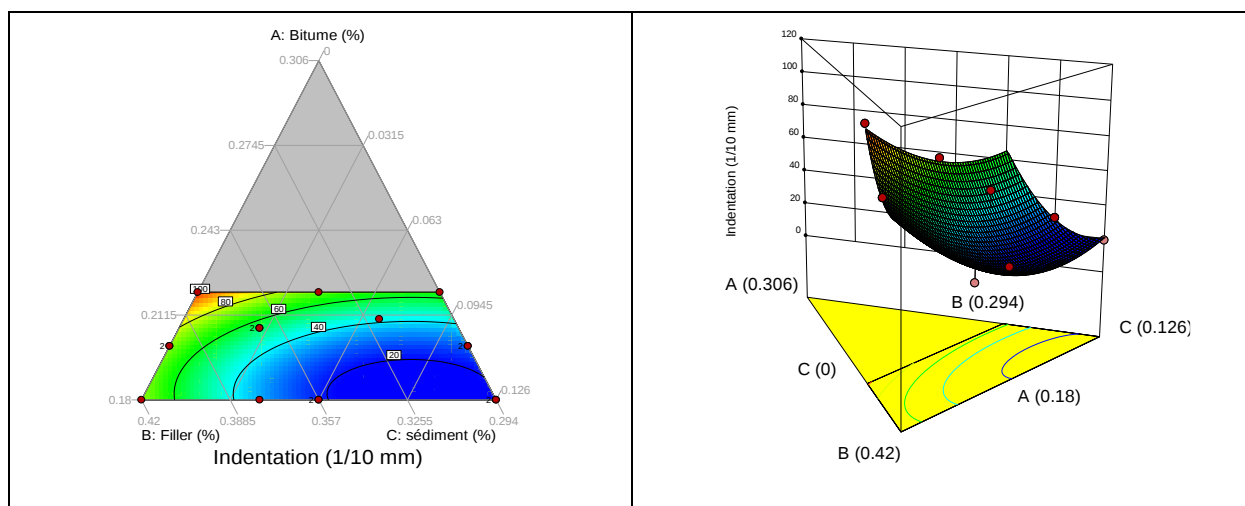


Figure III.30 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSLC (550C°)

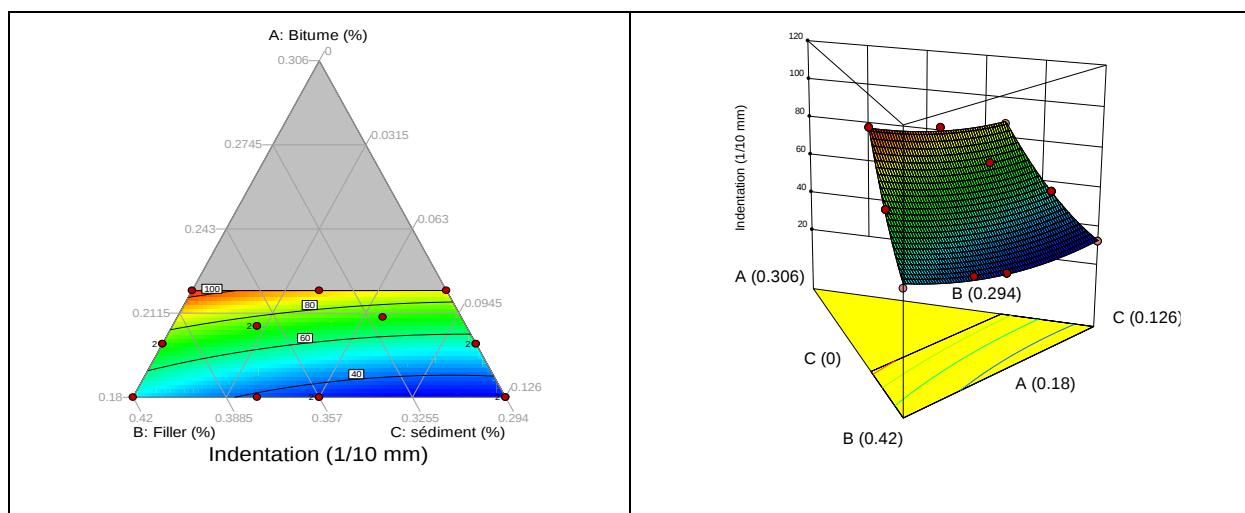


Figure III.31 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASLT (3%CaO)

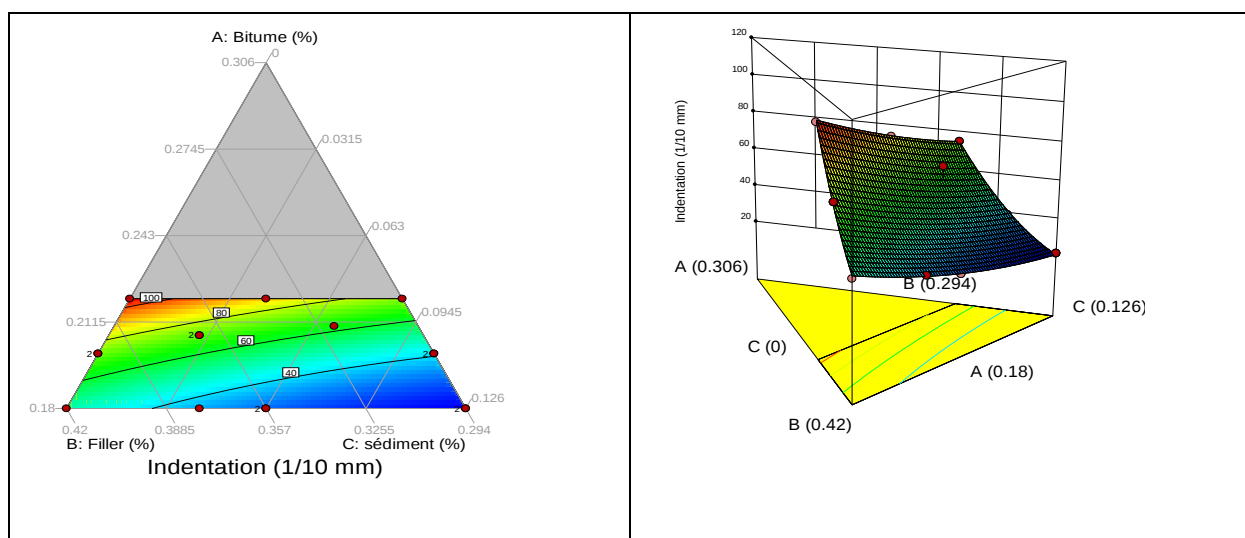


Figure III.32 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ARST (3% CaO)

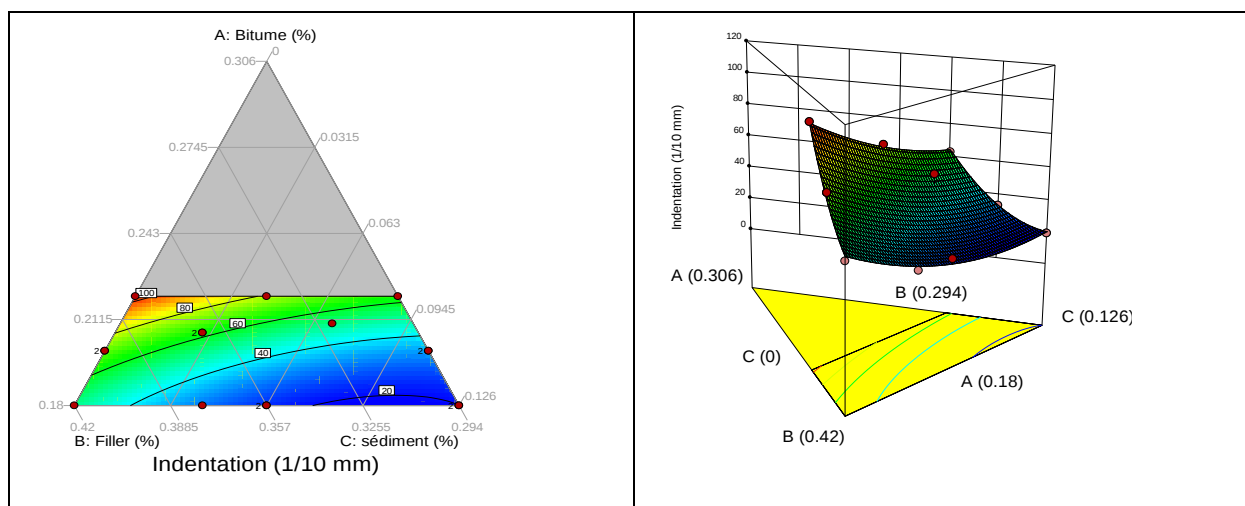


Figure III.33 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MELT (3% CaO)

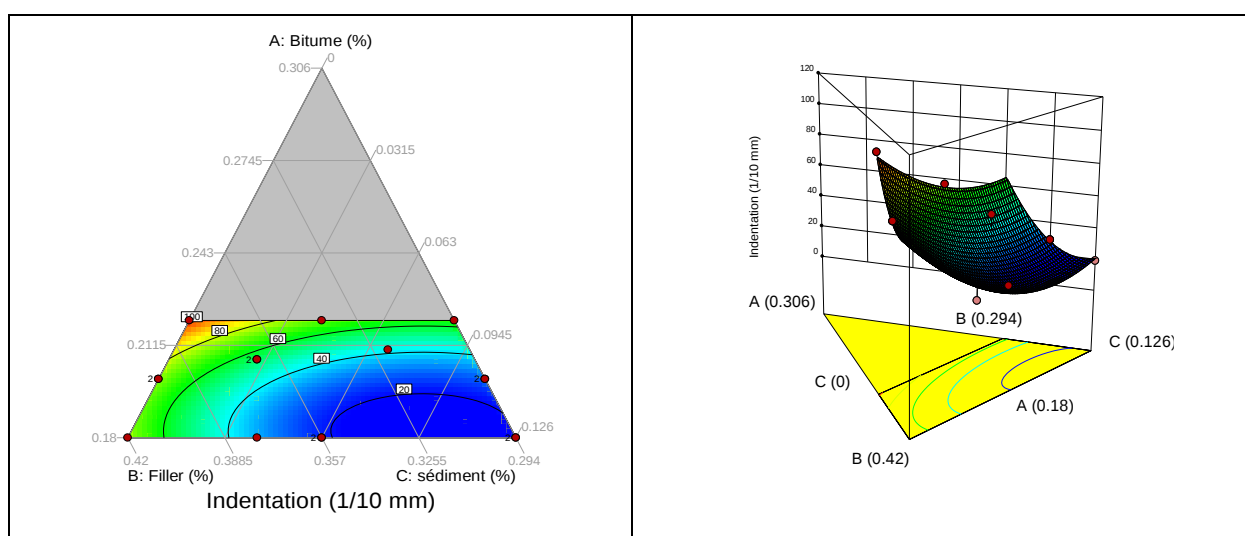


Figure III.34 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSLT(3%CaO)

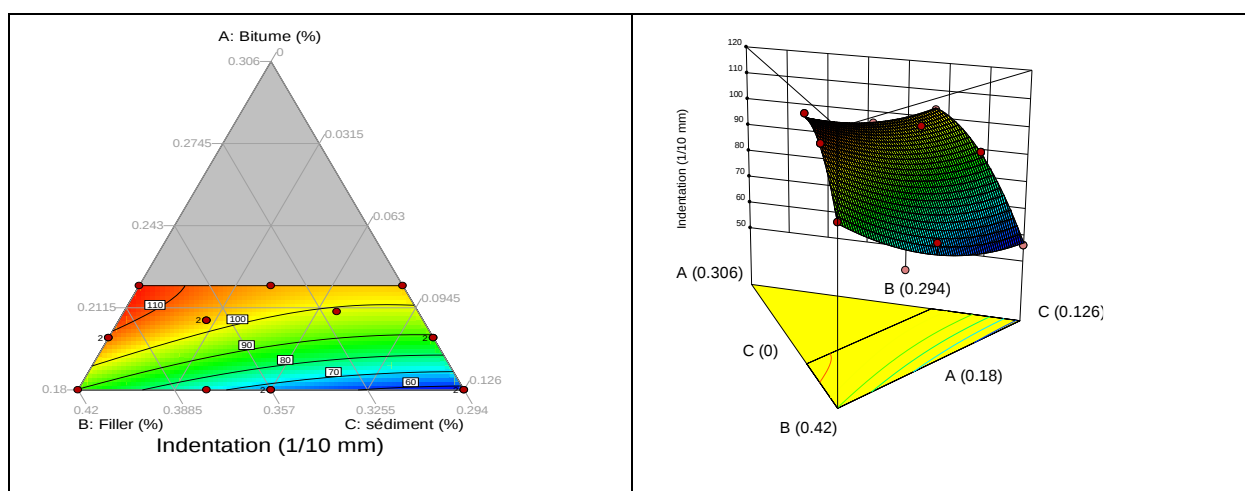


Figure III.35 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment MELC (550C°)

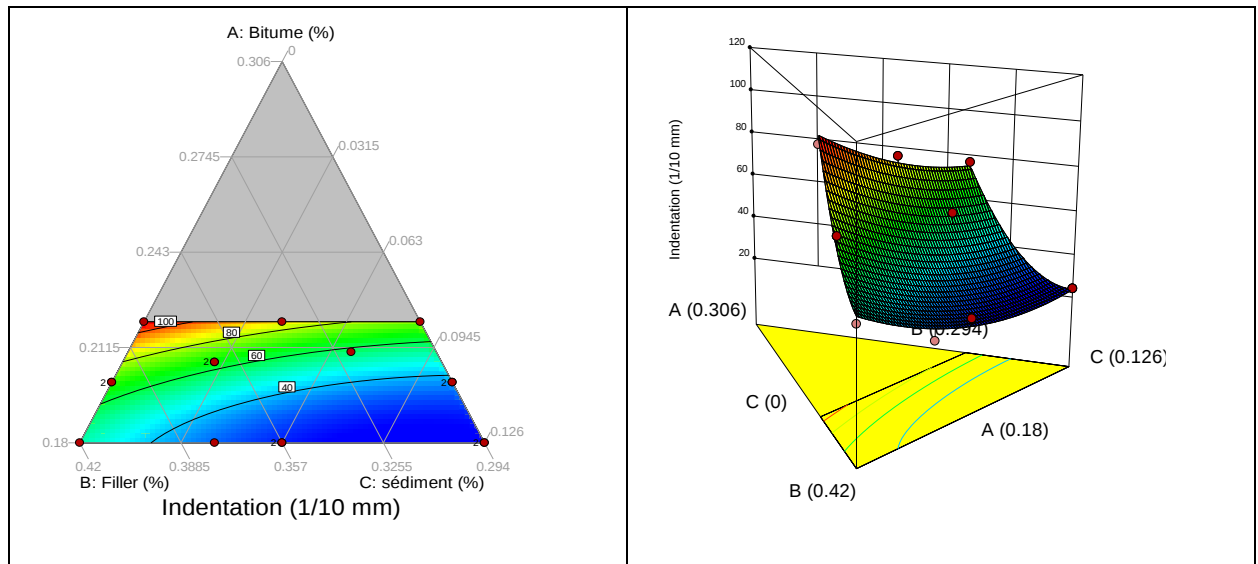


Figure III.36 Représentation en 2D et 3D des résultats des résistances à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment NSLC (550C°)

III.3.5.1. Effet du grade de bitume sur l'indentation

Afin d'évaluer l'effet du grade du liant bitumineux sur l'indentation des asphaltes coulés, on s'est proposé de tester un autre grade de bitume. Il s'agit d'un grade plus mou (50/70). Le sédiment choisi pour cette étude est celui d'ASL. Le choix de ce sédiment est sélectionné par rapport à sa faible teneur en matière organique. Les résultats présentés dans la Figure III.37 indiquent que les indentations correspondant à la formulation à base de sédiment brut (ASLB) en utilisant le bitume (50/70) et le sédiment ASL sont les meilleurs par rapport à ceux obtenus avec le bitume (35/50). Pour les mélanges témoins avec le bitume (50/70) la valeur de l'indentation était de $117_{1/10\text{mm}}$ contre $105_{1/10\text{mm}}$ pour le bitume (35/50). Cinq mélanges à base de bitume (50/70) parmi 8 qui ont des indentations admissibles ces indentations comprises entre 87 et 104 (1/10mm), contre deux mélanges à base de bitume (35/50). En outre des augmentations d'indentation ont été enregistrées aussi pour les asphaltes à base de sédiment traité (ASLTB) avec six mélanges acceptables, les indentations comprises entre 70 et 105 (1/10mm) contre 4 mélanges de la formulation (ASLT) dont l'indentation varie entre 75 et 95 (1/10mm). On peut conclure que le bitume mou améliore fortement les indentations de la matrice d'asphalte. A partir des résultats des surfaces de réponses d'indentations pour les asphalte ASLB et ASLBT, il s'avère que l'utilisation d'un grade de bitume (50/70) permet de substituer environ 28% de sédiment avec un taux de bitume qui ne dépasse pas les 19% pour le sédiment brut et les 18% pour le sédiment ASL traité à la chaux. En outre et théoriquement l'utilisation d'un sédiment calciné permettra de diminuer la quantité de bitume ainsi l'augmentation du taux de substitution de filler sédiment

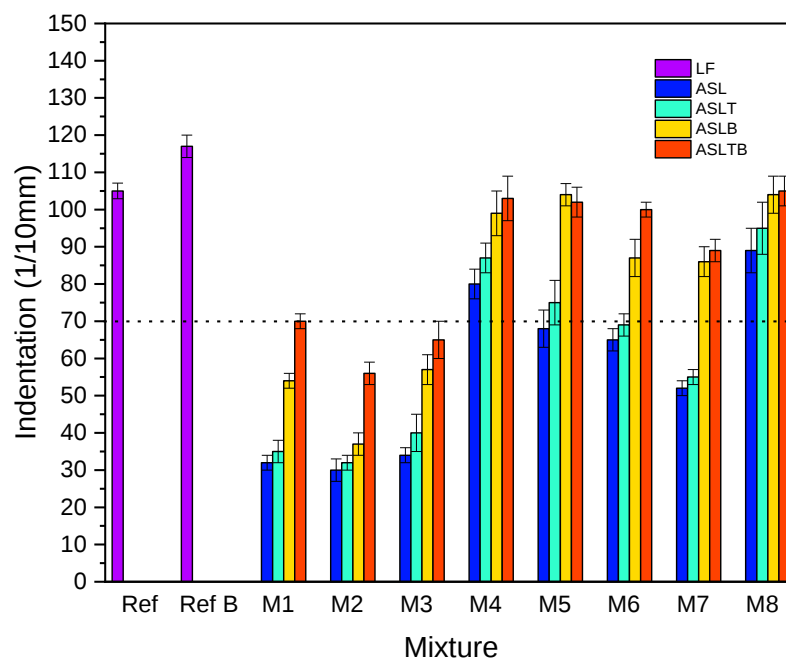


Figure III.37 Résultats indentation avec différente grade de bitume

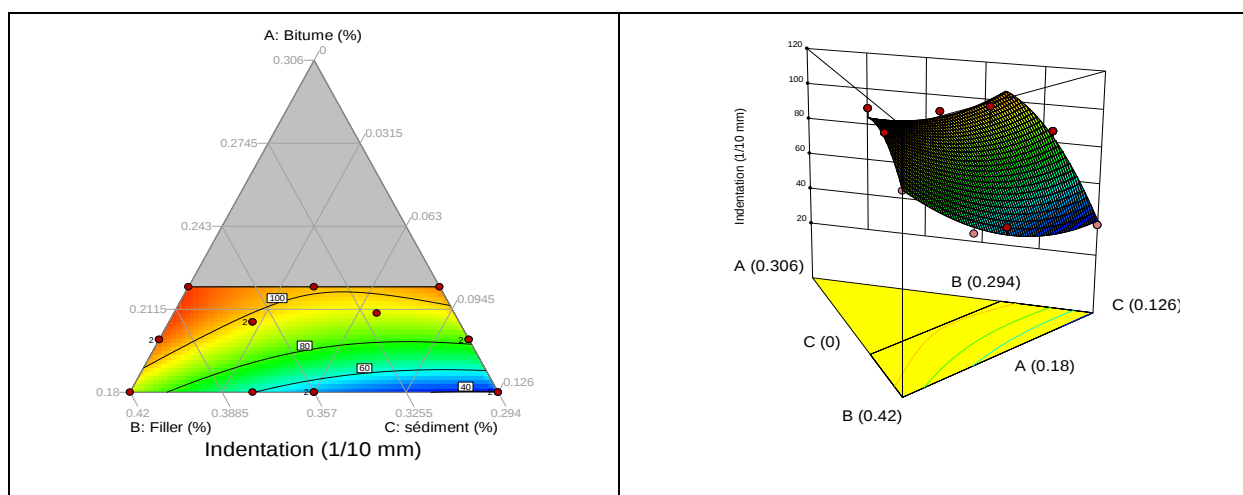


Figure III.38 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASLB

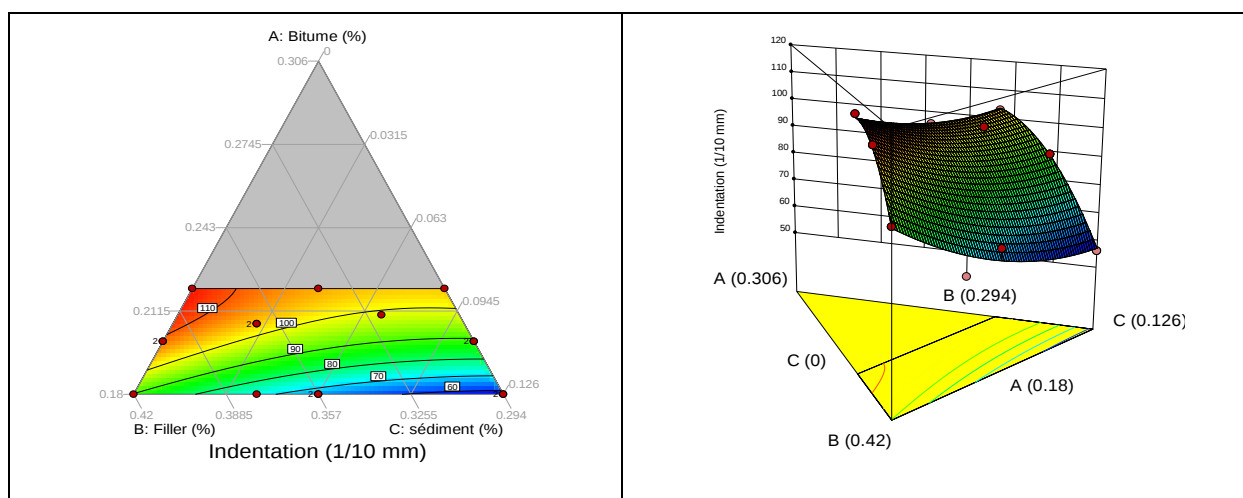


Figure III.39 Représentation en 2D et 3D des résultats de la résistance à la déformation par indentation de l'asphalte coulé à base de sédiment ASLTB

III.3.5.2. *Corrélation Indentation-paramètres physiques des fillers*

III.3.5.2.1 *Indentation - Rigden Voids*

Selon les résultats de caractérisation des vides inters granulaires (Rigden Voids) et les résistances à la déformation par indentation des formulations obtenus, il a été possible de définir une tendance inversement proportionnelle entre les vides inters granulaire (RV) et les indentations, comme le montre la Figure III.40. Une régression avec un coefficient R^2 de 61 et 65 % ont été obtenus pour les deux mélanges M4 et M8 respectivement à base des sédiments bruts. Cela permet de voir que plus les vides inters granulaires sont important plus l'indentation est faible. Ceci induit à demander plus de bitume pour avoir des indentations admissibles.

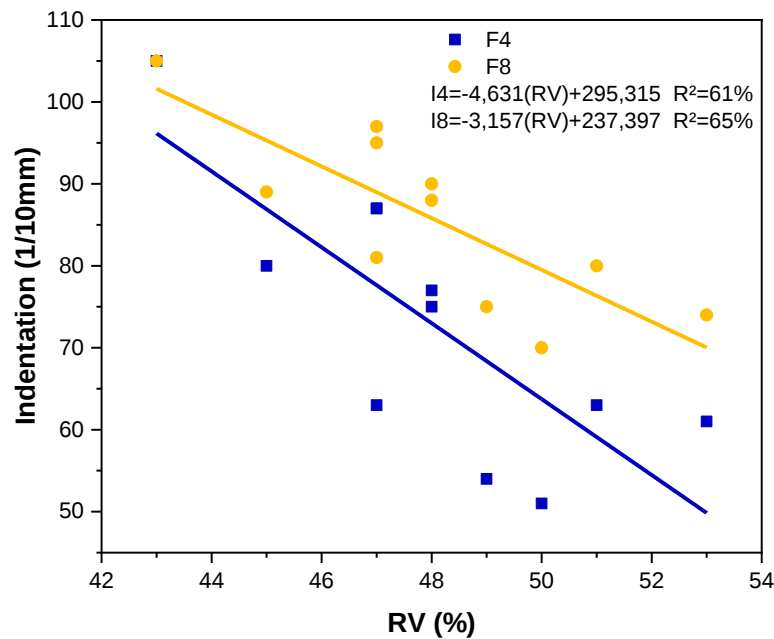


Figure III.40 Corrélation indentation et Rigden Voids

III.3.5.2.2 *Corrélation Indentation –matière organique*

D'après les essais de caractérisation la présence de la matière organique dans les sédiments de dragage, peut aller jusqu'à 14%. La Figure III.41 présente des tendances inversement proportionnelles entre la matière organique que contient les sédiments de dragage et les valeurs de l'indentation. Les coefficients de régression R^2 étaient de 77 et 84% pour les mélanges M4 et M8, respectivement. Cette tendance peut être expliquée par le fait que ces sédiments sont organiques et présentent des absorptions considérables de bitume qui impliquent une diminution de l'ouvrabilité et l'indentation de la matrice

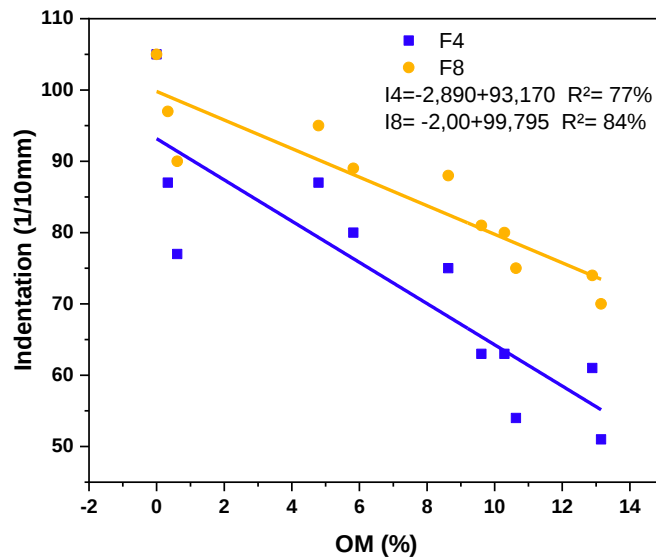


Figure III.41 Corrélation indentation matière organique

III.3.5.3. Modèle de prédiction pour les résistances à la déformation (Indentation)

D'après les résultats présentés précédemment, le modèle le plus adapté est le modèle de régression quadratique décrit selon l'équation suivante :

$$\hat{y} = \sum_{i=1}^q \beta_i x_i + \sum_{i < j}^{q-1} \sum_j^q \beta_{ij} x_i x_j$$

Avec $\hat{y}$, la réponse prédite par le modèle : dans ce cas l'indentation

q , le nombre de constituants qui égale à 3 dans notre cas (Bitume, filler, sédiment)

β_i et β_{ij} , les coefficients du modèle, X_i les proportions des constituant

Suivant ce modèle, la formule quadratique s'applique pour toutes les formulations dont la formule générale la suivante

$$I_{(1/10mm)} = (A * \beta_1 + B * \beta_2 + C * \beta_3) + (A * B * \beta_{12} + A * C * \beta_{13} + B * C * \beta_{23})$$

Les coefficients du modèle pour chaque type d'addition sont présentés dans le Tableau III-16.

Les équations ci-dessus peuvent être utilisées pour prédire la résistance à la déformation par indentation, pour les asphaltes coulés d'étanchéités type (AP1) à base des différents sédiments. A, B et C, les pourcentages de bitume, filler calcaire, et filler sédiment, respectivement, entrant dans la composition de l'asphalte coulé d'étanchéité (AP1).

Tableau III-16 Coefficient du modèle quadratique généralisée pour la prédiction de la résistance à l'indentation des différentes formulations

Addition	β_1	β_2	β_3	β_{12}	β_{13}	β_{23}
ASL	+3927.02626	+401.44792	+1535.90061	-10918.69439	-13705.65040	-2660.45649
ARS	+5730.54278	+856.87995	+2385.86243	-17727.56530	-23173.60494	-2709.29682
MEL	+6011.71690	+910.81042	+3186.24946	-18706.23771	-26317.20961	-3927.36654
NSL	+7027.17467	+1209.20670	+3790.57894	-22754.47090	-30542.84550	-4919.95349
ASLT	+4396.77668	+507.59401	+1104.64448	-12624.63511	-13942.62581	-1701.68626
ARST	+4449.12579	+495.10303	+1197.42436	-12690.77060	-15954.07461	-1175.49932
MELT	+5553.89236	+806.15951	+2463.74858	-17033.05036	-22522.71762	-3104.04632
NSLT	+10595.33790	+2379.06126	+3891.56407	-37469.85487	-37636.93804	-6477.21395
MELC	+7389.27423	+1204.84591	+1938.51297	-23622.19939	-25787.90233	-1781.86374
NSLC	+8421.79956	+1471.04600	+2814.41061	-27548.00157	-31770.52182	-2728.01978
ASLB	-4165.36017	-1157.71808	-2030.46879	+17544.79860	+26224.13580	-3718.63034
ASLTB	-4015.54348	-1170.25230	-1514.50416	+17247.13691	+20793.89736	-1879.90732

III.3.5.4. Validation du modèle de prédiction

La validation des modèles de prédiction a été réalisé pour tous les sédiments à travers la comparaison des résistances à la déformation par indentation expérimentales et celles obtenues par le modèle (Figure III.42). Pour ce faire, trois formulations ont été réalisées, et les pourcentages utilisés sont : 21,15 % de Bitume, 38.85 % Filler calcaire et 9.45% de Filler sédiment, soit 23% de substitution de la quantité du filler calcaire par les sédiments.

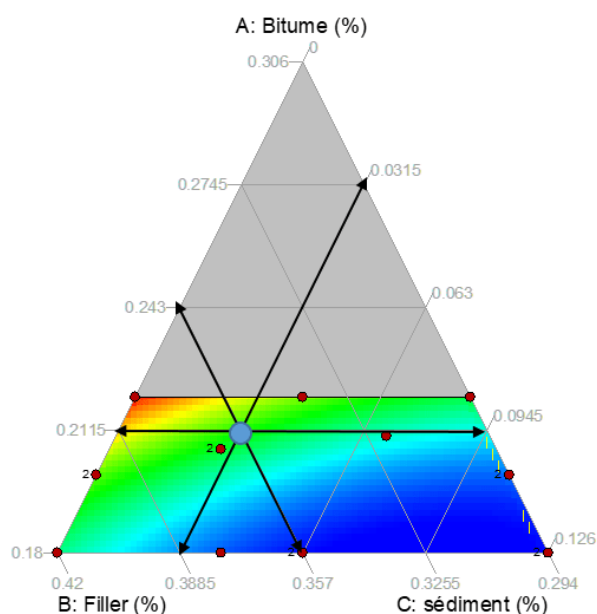


Figure III.42 Formulation de validation du modèle de prédiction de la résistance à la déformation par indentation

Le Tableau III-17 résume les différentes résultats d'indentation expérimentales et celle prédites par le modèle quadratique. Les résultats de comparaison des résistances à l'indentation prédite par le modèle quadratique confirment que le modèle est bien adapté. En effet, les valeurs d'indentations sont toujours dans la plage de l'intervalle de confiance c.à.d. 95%.

Tableau III-17 Résumé de l'indentation pour la validation du modèle quadratique

Addition	Indentation moyenne prédite (1/10)mm	Intervalle de confiance à 95% (1/10)mm	Indentation moyenne expérimentale (1/10)mm
ASL	75.68	[73.24-79.89]	73.14
ARS	69.47	[64.45-73.85]	65.75
MEL	64.01	[59.43-70.12]	60.98
NSL	59.22	[53.16-66.22]	55.17
ASLT	80.01	[77.32-83.11]	81.55
ARST	77.10	[74.37-88.45]	75.42
MELT	68.70	[63.52-73.25]	64.87
NSLT	60.19	[54.71-65.12]	57.57
MELC	78.29	[74.61-82.23]	77.26
NSLC	72.81	[67.32-77.36]	69.14
ASLB	99.31	[92.89-99.27]	100.03
ASLTB	104.87	[101.43-108.31]	107.14

III.4. Conclusion

L'asphalte coulé d'étanchéité est un matériau précieux dont il desserve plusieurs applications d'étanchéités. L'application visée dans notre étude est l'asphalte coulé pure dont les constituants sont le liant bitumineux, filler calcaire pure et le sable roulé 0/2mm. En effet pour rappeler l'objectif de l'étude est de substituer une quantité de filler calcaire par les fillers à base de sédiment de dragage. D'après les résultats de la résistance à la déformation par indentation et les corrélations faites sur les différents facteurs on peut conclure que :

- Les sédiments de dragage utilisés sont classés non dangereux inertes tel que ASL et non inertes pour ARS, MEL et NSL ce qui leurs donne la possibilité de valorisation.
- Les sédiments de dragage ont des teneurs faibles en carbonates et riche en silice ce qui va réduire la propriété d'adhérence selon la littérature.
- Les sédiments de dragage ont des teneurs différentes en matière organique dépendantes du site de prélèvement.
- Le traitement des sédiments à la chaux vive améliore l'indentation des mélanges d'asphaltes par la réaction chimique entre la matière organique et l'alcalinité de la chaux (échange ionique).
- Le traitement des sédiments par calcination à 550C° permet d'éliminer la quasi-totalité de la matière organique afin d'obtenir des résultats d'indentation notable.

- Une tendance proportionnelle entre les vides inters granulaires et la matière organique, « plus les sédiments sont organiques plus les vides inters granulaires augmentent »
- Une tendance inversement proportionnelle entre les vides inters granulaires et l'indentation bien remarquable « plus de vides inter granulaires plus l'indentation est faible »
- Une corrélation importante entre l'indentation et la matière organique « plus le matériau est organique plus l'indentation est faible »
- Le filler sédiment brut ASL est le plus adapté pour la formulation des matrices de l'asphalte coulé grâce à leur faible teneur en matière organique relativement par rapport aux autres sédiments, ce qui à donner des d'indentations les plus favorable.
- L'utilisation d'un bitume mou tel qu'utilisé dans cette étude (50/70) permet de réduire la quantité de bitume et augmenter également le taux de substitutions des fillers sédiments jusqu'à 28 %.

Chapitre IV. Le comportement thermomécanique et chimique de l'asphalte coulé

IV.1. Comportement thermomécanique

IV.1.1. Introduction

L'asphalte coulé d'étanchéité est un matériau qui est indispensable dans le secteur de la construction et notamment de l'étanchéité des bâtiments ainsi que les ouvrages d'arts. L'utilisation des asphaltes coulés a pour but la préservation des tabliers des ouvrages [121] contre les agressions extérieures tel que l'eau et les sels de déverglace et d'autre pathologies qui pourrait toucher cette structure. L'asphalte coulé s'applique aussi pour les revêtements de sols industriels dont les sollicitations mécaniques et chimique sont parfois importantes [122]. Cependant, le comportement mécanique des asphaltes et les sollicitations climatiques divers sont complexes. Par exemple, les couches d'asphalte composées généralement de granulats et de bitumes ont un comportement élastique sous l'effet de sollicitation. Sous l'effet d'une sollicitation de compression (passage d'un véhicule) la couche de revêtement se déforme par flexion dans la partie supérieure, alors que la partie inférieure de la couche est soumise à des contraintes en traction (Figure IV.1). Lors de l'éloignement des roues de véhicule les sollicitations changent de position, la partie supérieure sera soumise à des efforts de tractions et la couche inférieure se retrouve en compression.

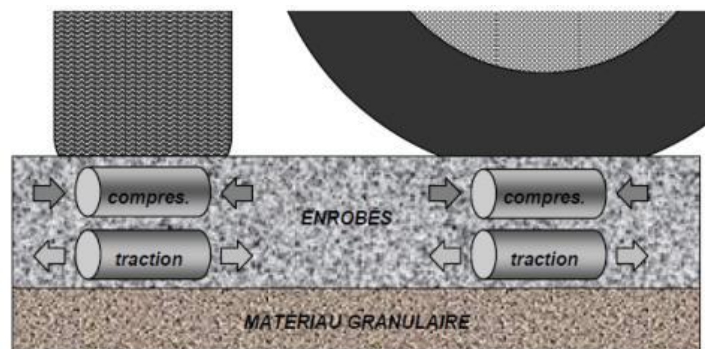


Figure IV.1 Sollicitation en traction et en compression des enrobés lors du passage des véhicules



Figure IV.2 Application de l'asphalte coulé dans les ponts

IV.1.2. Propriétés mécaniques des asphaltes d'étanchéité

Les asphaltes d'étanchéités sont des matériaux qui peuvent subir durant leur durée de vie des sollicitations mécaniques, thermiques, attaques chimiques et climatologiques [70]. Afin de limiter l'impact de ces sollicitations sur la durée de vie des asphaltes et de prédire leur comportement face aux sollicitations, il est recommandé de réaliser des analyses selon différentes situations (thermomécaniques, chimiques, etc.). En générale on peut classer les sollicitations en deux catégories, l'effet du trafic et l'effet climatique.

IV.1.2.1. Action de trafic

L'endommagement des couches d'asphalte (coulé ou enrobé) dû à la flexion des couches de structure de chaussée est lié principalement à l'action du trafic (Figure IV.3). Les tensions périodiques considérées comme faibles pour la déformation de l'ordre de 10^{-4} . Ces déformations font partie de la zone linéaire du modèle élastique linéaire. En effet, le comportement des couches d'asphalte est initialement dominé par les propriétés du liant bitumineux. Son comportement dépend également de la fréquence du chargement et de la température lors de la sollicitation. En outre l'accumulation de ces sollicitations isolées ou réunies provoque les cycles qui peuvent atteindre des millions de fois et provoquent des déformations non linéaires ou irréversibles, qui par la suite conduisent à la rupture de la structure [123]. Par ailleurs, sous l'action des efforts de traction répétitifs, de la microfissuration peut apparaître dans la couche d'asphalte qui se propage par la suite et crée des fissurations majeures. D'autres désordres peuvent être induits également tel que l'orniérage à la couche supérieure de la structure sous l'effet de compression [124].

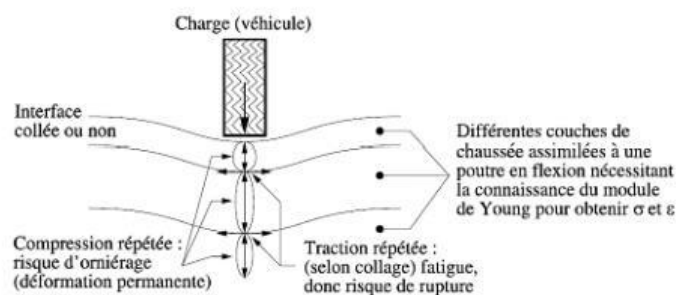


Figure IV.3 Schématisation des effets induits par le trafic [124]

IV.1.2.2. Action climatique

L'action climatique sur la structure d'asphalte se traduit par la dilatation et la contraction thermique lors du changement de la température. Ceci provoque des variations de rigidité des matériaux. Par ailleurs, le temps froid favorise l'apparition des fissures (Figure IV.4) qui se propagent dans le temps. On peut citer également les rayonnements du solide qui peuvent aussi accélérer le vieillissement des matériaux asphaltes [124]

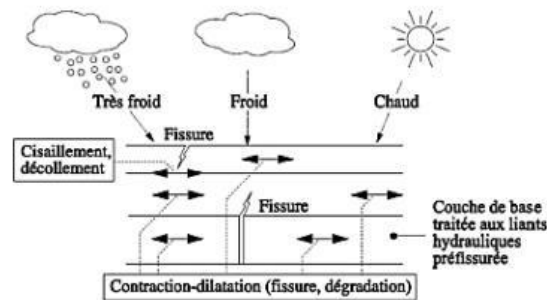


Figure IV.4 Schématisation des effets induits par le climat [124]

IV.1.3. Comportement des matériaux asphaltes

Les matériaux (l'enrobés, l'asphalte coulé et le mastic d'asphalte) ont un comportement complexe, et selon Benedetto [125] il avait quatre comportements principaux de ces matériaux définis par les deux grandeurs qui sont la déformation (ϵ) et le nombre de cycle de chargement appliqué (N) [126]. La figure ci-dessous définit par ordre les différents comportements des matériaux d'asphalte à des températures fixes.

- Viscoélastique linéaire concernant les déformations inférieures à 10^{-4} et quelques centaines de cycle de chargement ;
- Non linéaire, concernant les déformations de quelques pourcents et des cycles de chargement moins importants ;
- Endommagement par fatigue, est le résultat de chargement de dizaines de milliers de cycles et de la déformation faible ;
- L'accumulation des chargements à contrainte nulle et déformations irréversibles non négligeable provoque de la rupture et puis l'orniérage

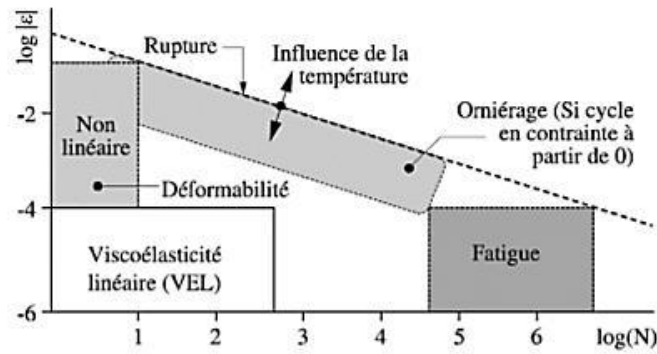


Figure IV.5 Comportement « type » des enrobés bitumineux à température fixée, (ϵ) déformation et (N) nombre de cycles de chargement [124]

IV.1.4. Comportement viscoélastique linéaire de la matrice d'asphalte

IV.1.4.1. Module complexe

Le module complexe (E^*) est donné comme l'expression de la rigidité d'un matériau viscoélastique tel que les bitumes, mastic d'asphalte et enrobé sous l'effet d'une sollicitation périodique. La déformation due aux chargements cycliques du matériau viscoélastique est principalement liée à la durée de la sollicitation (temps), ce qui n'est pas le cas pour les matériaux élastiques dont la déformation est instantanée. En outre, les matériaux d'asphalte sont sensibles à la température, ce qui résulte que le module complexe dépend aussi de la variation de la température [124].

Le module complexe (E^*) est un module composé de deux parties, partie réelle (E_1) et la partie imaginaire (E_2), tel que présenté dans les équations ci-dessous. Le module complexe peut être décomposé en deux vecteurs en fonction de l'angle du vecteur ϕ (Figure IV.6).

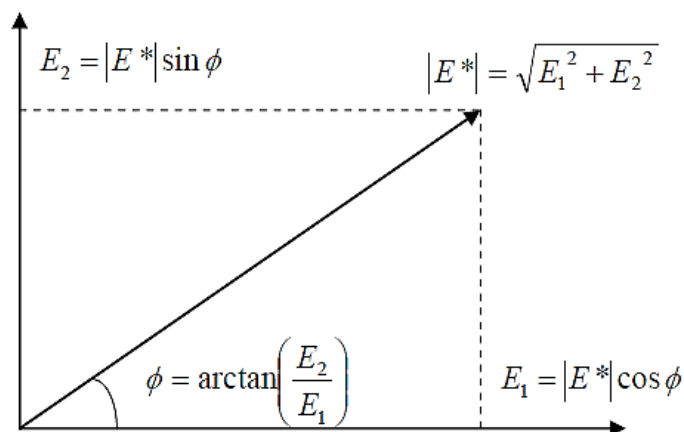


Figure IV.6 Représentation du module complexe

Équation IV.1

$$E^* = E_1 + iE_2 = |E^*| \cos \phi + i |E^*| \sin \phi$$

Équation IV.2

$$|E^*| = \sqrt{E_1^2 + E_2^2}$$

Équation IV.3

$$\phi = \arctan\left(\frac{E_2}{E_1}\right)$$

où E^* = module complexe (MPa),
 $|E^*|$ = module du module complexe (MPa),
 ϕ = argument du module complexe (rad),
 E_1 = partie réelle du module complexe (MPa),
 E_2 = partie imaginaire du module complexe (MPa),
 i = nombre imaginaire ($\sqrt{-1}$).

Le module complexe E^* est déterminé à l'aide d'essais périodiques cycliques soumis à des petites déformations ($<100\mu\text{m/m}$). Dans ce domaine le comportement mécanique de l'asphalte coulé est considéré comme linéaire. La Figure IV.7 montre un cycle de sollicitation sinusoïdale en traction-compression alterné sur l'échantillon de l'asphalte coulé sous les sollicitations cycliques. L'équation VI.4 présente le module complexe E^* , est donné comme le rapport entre la contrainte cyclique et la déformation cyclique. La déformation enregistre un retard par rapport la contrainte, ce qui introduit un déphasage.

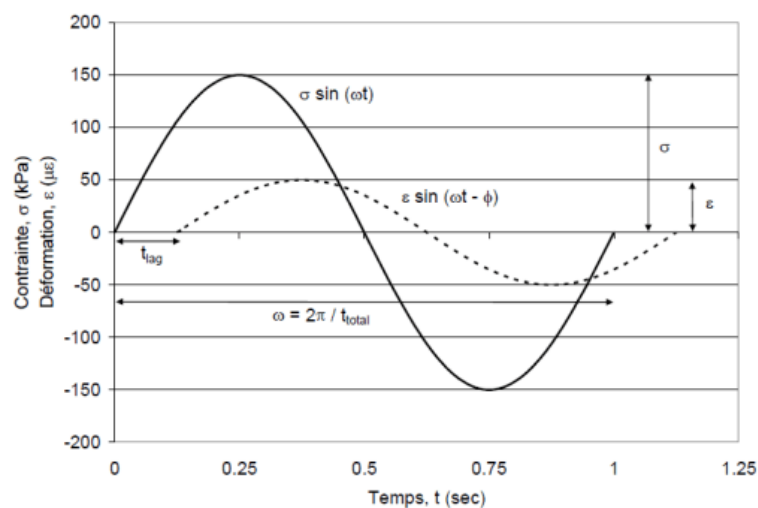


Figure IV.7 traction-compression alternée sur un enrobé [127]

Équation IV.4

$$E^* = \frac{\sigma \sin(\omega t)}{\varepsilon \sin(\omega t - \phi)} = |E^*| \cos \phi + i |E^*| \sin \phi$$

Équation IV.5

$$|E^*| = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

Équation IV.6

$$\phi = \omega t_{\text{lag}}$$

où E^* = module complexe (MPa),
 $|E^*|$ = module dynamique (MPa),
 ϕ = angle de phase (rad),
 σ = contrainte (MPa),
 ε = déformation (m/m),
 ω = période (rad/s),
 t = temps de chargement (s),
 t_{lag} = temps de déphasage entre σ et ε (s).

Le module dynamique (élastique) du matériau peut être exprimé comme étant le rapport entre les valeurs maximales des deux paramètres, la contrainte et la déformation instantanément. Cependant ce rapport traduit l'approche du module élastique ou dynamique d'un matériau de qualité viscoélastique, ce module est très important afin d'identifier la formulation pour tel application. Le déphasage (ϕ) est un paramètre clé dans l'équation du module complexe, sa variation entre le 0° et 90° permet de donner exactement le comportement du matériau tout au long de l'essai. Pour un matériau purement élastique le déphasage est de l'ordre de 0° , et pour les matériaux quasiment visqueux le déphasage atteint les 90° (Figure IV.8)

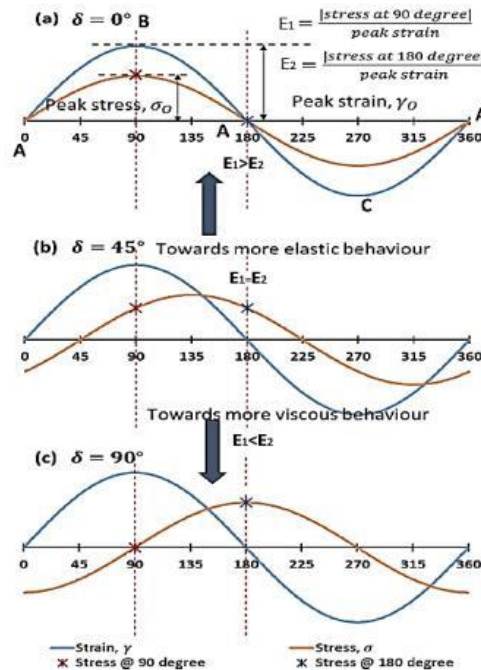


Figure IV.8 Dynamique Mécanique Analyse représentation [128].

IV.1.5. Matériaux et équipements d'essai

IV.1.5.1. *Choix du matériau*

Dans cette partie les matériaux testés sont les mêmes utilisés dans le chapitre II, à savoir des mélanges d'asphalte coulé de type (AP1) préparés au laboratoire suivant les étapes indiquées auparavant. Deux grades de bitume ont été utilisés : 35/50 et 50/70. Les fillers utilisés sont le filler calcaire pure (filler témoin) et fillers issus des sédiments de dragage qui porte l'appellation suivante : les sédiments bruts (ASL, ARS, MEL, NSL), sédiments traités à la chaux vive (ASLT, ARST, MELT, NSLT) et les sédiments calcinés (MELC et NSLC). Un seul type de sable (0/2mm) a été utilisé pour les formulations des mélanges.

IV.1.5.2. *Méthodes et analyses*

Les échantillons de l'asphalte coulé (mastic d'asphalte sablé) ont été fabriqués à l'aide d'un malaxeur à bitume à 230C° suivant la norme la norme NF EN 12697-35. La formulation choisie pour cette étude est le mélange M8 obtenu par l'application des plans de mélanges décrit dans le chapitre II. Ce choix est basé sur les résultats des indentations admissibles. La géométrie des éprouvettes choisies pour ce test sont des moules cylindriques en cuivre fabriqués localement au laboratoire de dimension 10 x s3.5mm (Figure IV.9). Un papier anti adhésif a été mis à l'intérieur des moules afin de pouvoir les démoulées facilement et d'éviter tout déformation ou fracturation. Les échantillons sont conservés dans une chambre climatique à 20C° afin d'éviter la dilatation et conserver les dimensions initiales jusqu'au jour de l'essai.



Figure IV.9 Moule cylindrique pour asphalte coulé

Afin d'évaluer le comportement viscoélastique de l'asphalte coulé, la presse DMA (Dynamic Mechanical Analyser) de Metravib (Figure IV.10) a été utilisée. La DMA était à l'origine destinée à être utilisée comme système de test pour évaluer les propriétés viscoélastiques des matériaux à matrices organiques, en particulier les polymères. Les matériaux testés peuvent être à l'état liquide, visqueux ou solide. L'appareil DMA est principalement composé de trois composantes : une station de test, un contrôleur de système et le moniteur, un contrôleur de la température -150°C à 600°C , (l'azote est utilisé pour la simulation des environnements à basse température). La presse est équipée d'une cellule de charge de 150 N et d'un capteur de déplacement de 500 μm . Il permet une large plage de fréquence entre 0,01 Hz et 200 Hz. Un régulateur thermique permet de contrôler la température à l'intérieur de la chambre thermique. Un équipement adapté est utilisé pour tester l'éprouvette en traction-compression, sous différentes températures.

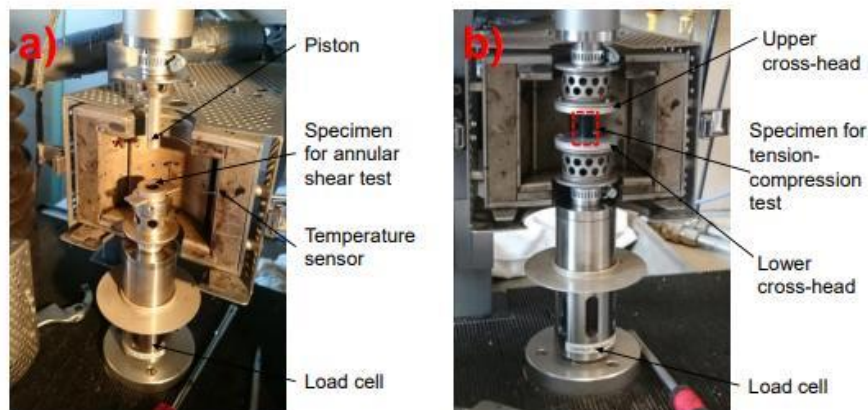


Figure IV.10 Equipement Metravib utilisé pour les essais sur mortier d'asphalte [125]



Figure IV.11 Appareil DMA-module (compression-traction)

L'essai a été effectué en superposition de deux balayages : un balayage en température (25, 30, 35 et 40C°) et un balayage en fréquence (0.1 à 10Hz). La déformation a été fixée 0.005% pour toute la durée d'essai, en utilisant un module de compression traction (Figure IV.11). Pour chaque configuration l'essai dure environ une heure pour chaque échantillon sachant qu'il y avait trois éprouvettes pour chaque échantillon.

Les deux paramètres étudiés en sortie de chaque test sont le module complexe (E^*) et l'angle de déphasage (ϕ) qui ont été considérés pour caractériser et définir le comportement rhéologique des échantillons de l'asphalte coulé.

Selon les résultats du test (Figure IV.12), on constate une l'augmentation de la déformation représentée par les valeurs des angles de contacts enregistrés en fonctions de la température. Pour des températures comprises entre (25 et 40C°) l'asphalte coulé à base de filler calcaire enregistre des déformations plus élevées par rapport aux asphaltes à base des sédiments. Dans cette plage de température des modules complexes comprises entre $3E^8$ et $5E^7$ (Pa) et des angles de phase entre 48 et 63° pour la fréquence 10Hz, ces valeurs devront être les références pour interpréter les résultats des asphaltes coulés à base de sédiment. Globalement à 25 C° les angles de phase des asphaltes sédiments comprises entre 40 et 46° et des modules complexes entre $4.7E^8$ et $6.2 E^8$ (Pa). Cependant l'incorporation des fillers sédiments a entraîné une baisse des angles de phase (moins de déformation mais et en parallèles moins d'ouvrabilité de la matrice) ce qui n'est pas avantageux pour les asphaltes coulés. En effet, les trois fillers sédiments ASL, ARS et MEL ont des comportements proches à 25C° sauf que le filler NSL enregistre une rigidité importante avec un angle de phase environ 40° et un module complexe plus élevé qui ne lui permet pas d'être une alternative au filler calcaire. L'écartement des valeurs d'angle de phase entre les sédiments (MEL, NSL) et (ARS, ASL) serait très important lorsque la température augmente et avoisine les 40C°, et d'après les courbes maitresses, seul le filler sédiment ASL est proche du comportement de filler calcaire, tandis que le filler sédiment NSL est le plus écarté du comportement du filler calcaire. En combinant les données obtenues du module complexe et l'angle de phase, on peut voir que les mélanges d'asphaltes se comportent différemment à haute température. L'incorporation des fillers sédiments pourrait également entraîner des modules complexes plus élevés ce qui explique la rigidité du matériau et des angles de phase plus faibles, qui sont favorable pour limiter les déformations et l'orniérage. Ces résultats ne conviennent pas aux applications de l'asphalte coulé à cause de la faible maniabilité lors de la mise en œuvre de l'asphalte coulé. D'après ces résultats on peut conclure que le seul sédiment qui peut être incorporé dans la matrice de l'asphalte coulé est le filler sédiment ASL.

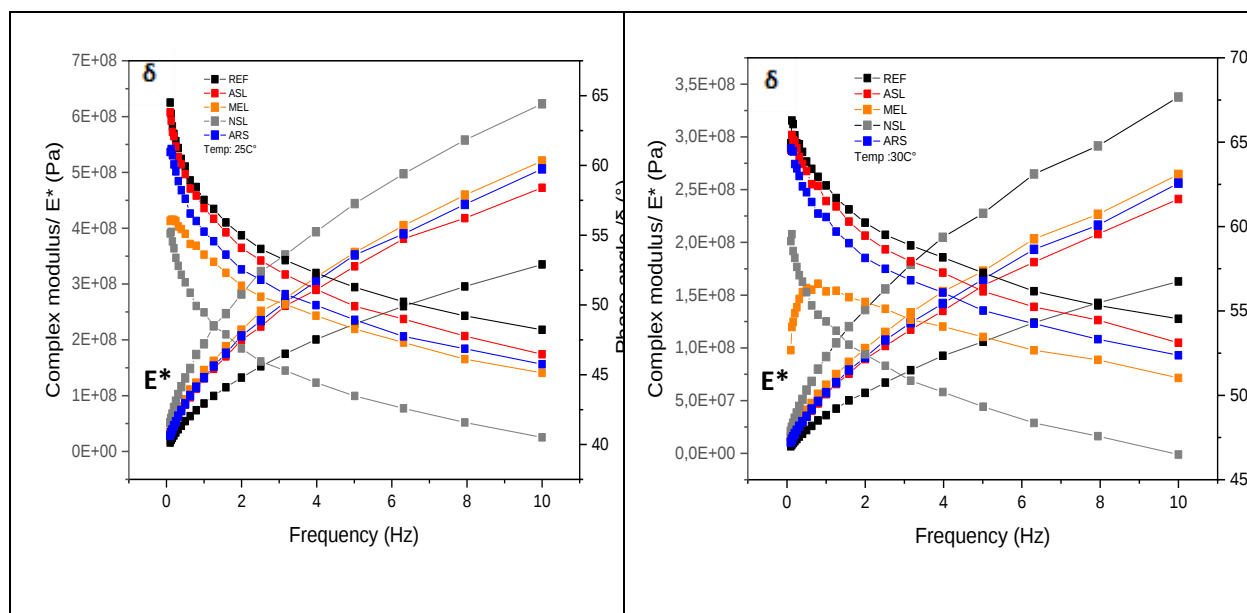


Figure IV.12 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 25°C et 30°C des fillers sédiments bruts

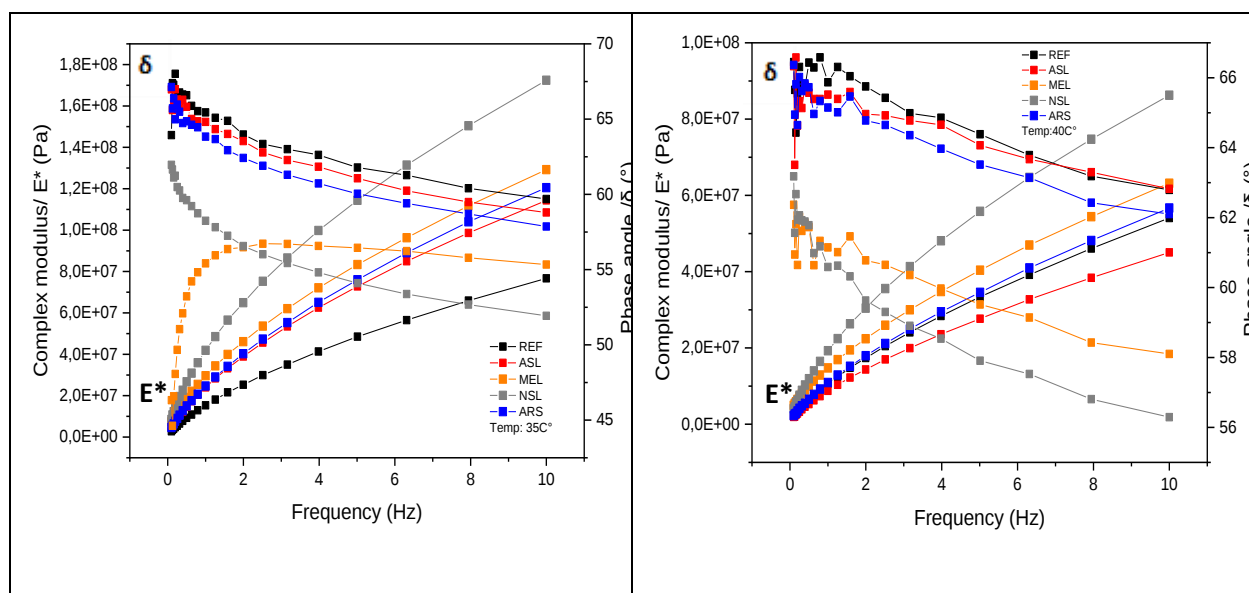


Figure IV.13 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 35°C et 40°C des fillers sédiments bruts

La Figure IV.14 et IV.15 présentent les résultats de l'essai thermomécanique en sollicitation mode compression-traction pour les sédiments traités à la chaux. Ces courbes indiquent que les modules complexes des asphaltes à base de sédiments traités à la chaux vive ont des comportements différents à ceux des asphaltes à base de sédiments bruts. A 25 C° et 10 Hz°, les asphaltes à base des quatre fillers traités à la chaux ont le même comportement dynamique représenté par le module complexe qui est de $4.8E^8$ (Pa) et angle de phase entre 46° et 47°. En outre plus la température augmente plus les modules complexes sont moins importants, mais dans l'ensemble les fillers sédiments traités à la chaux ont toujours des raideurs plus importantes que l'asphalte témoin. L'augmentation de la température jusqu'à 40C° rend les modules complexes et les angles de

phases plus proches (Figure IV.15 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 35C° et 40C° des fillers sédiment traité à la chaux

. Les angles de phase diminuent lorsque la température diminue, ainsi lorsque la fréquence de chargement augmente, les fillers partagent le même arrangement durant la progression de la fréquence et de la température. L'arrangement peut être classé comme suite Filler calcaire <ASLT<ARST<MELT<NSLT pour les modules complexes et inversement pour les angles de phases, ces observations ont été confirmées avec plusieurs études antérieures (Guojin Tan et Wensheng Wang) [129], [130] .

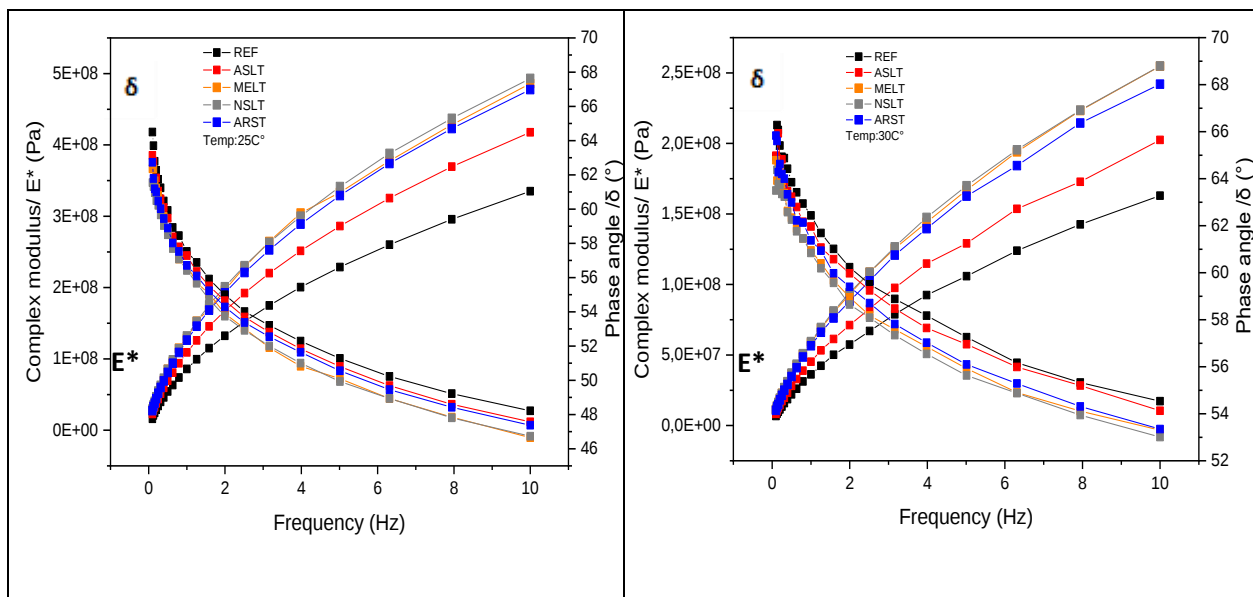


Figure IV.14 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 25C° et 30C° des fillers sédiment traité à la chaux

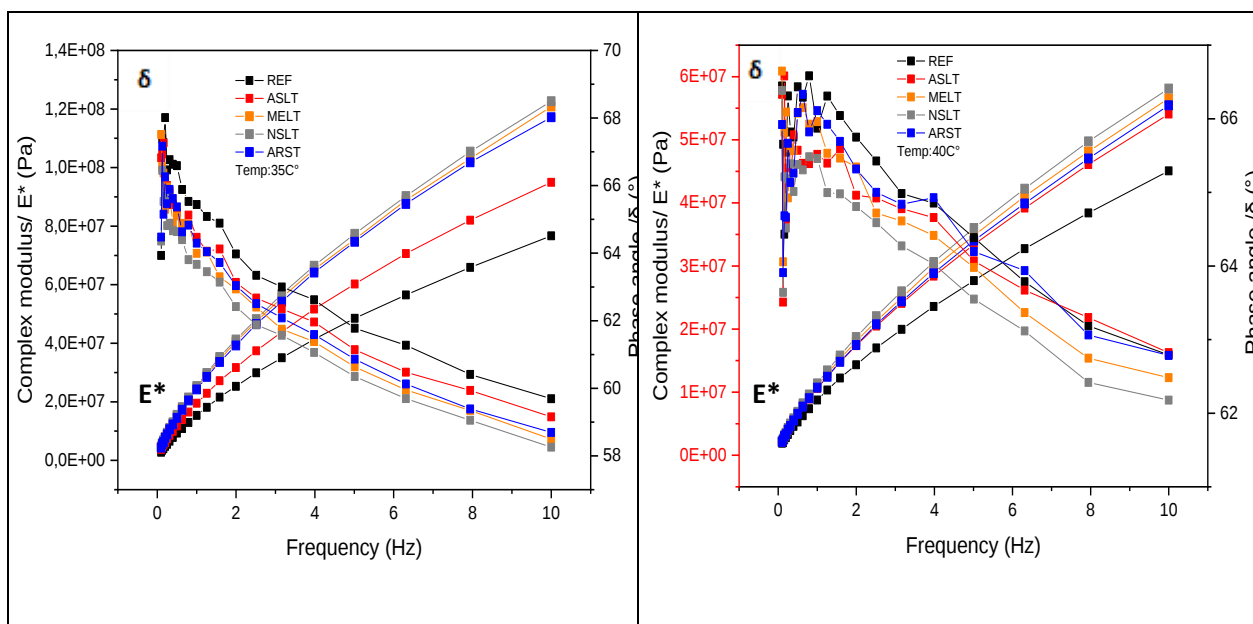


Figure IV.15 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase 35C° et 40C° des fillers sédiment traité à la chaux

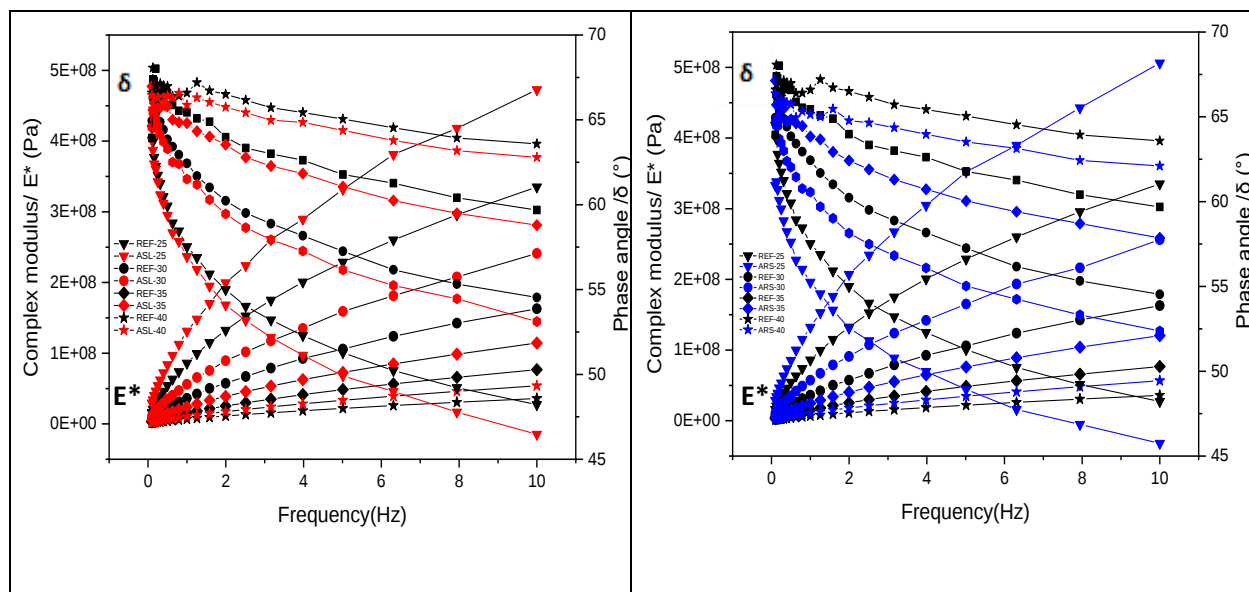


Figure IV.16 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment ASL (à gauche) ARS (à droite)

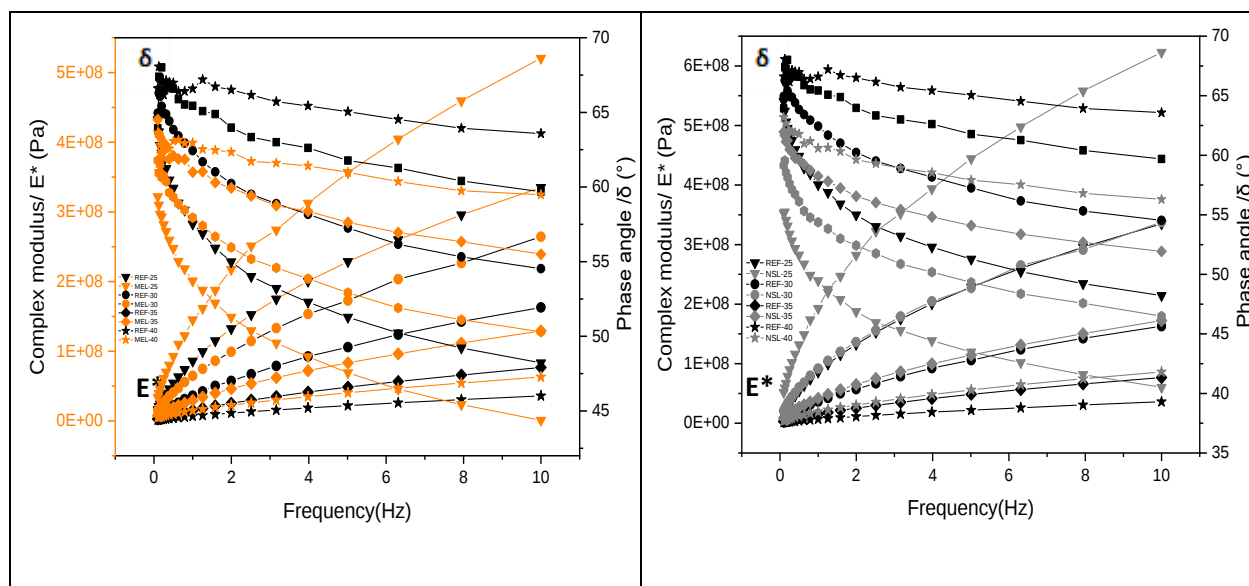


Figure IV.17 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment MEL (à gauche) NSL (à droite)

La Figure IV.18 présente les modules complexes et les angles de phase en fonction de la température et de la fréquence pour les mélanges à base de sédiments calcinés (MELC et NSLC). À la 25°C et 10Hz, le module complexe du mortier d'asphalte à base de filler calcaire présente la valeur la plus faible d'avantage environ $3E^8$ (Pa) par rapport à ceux à base des sédiments calcinés. Néanmoins ces sédiments calcinés présentent des améliorations importantes du comportement thermomécanique par rapport aux mêmes fillers à l'état bruts, la différence est notable dont les modules complexes entre le MEL et MELC est de $1E^8$ (Pa) respectivement et même chose pour NSL et NSLC est de $2.1E^8$ (Pa). Les angles de phases sont suivis inversement le même comportement des modules complexes avec 26° d'écart entre le sédiment NSL et NSLC et environ 10° entre MEL et MELC Ces résultats sont cohérents avec les résultats d'indentation étudié

précédemment. En effet, plus la température augmente plus l'angle de phase converge jusqu'au chevauchement.

Donc les asphaltes à base des sédiments calcinés présentent les meilleurs comportements thermomécaniques et rhéologiques correspondants les asphaltes coulés comparé aux asphaltes à base de sédiments traités à la chaux et les sédiments bruts.

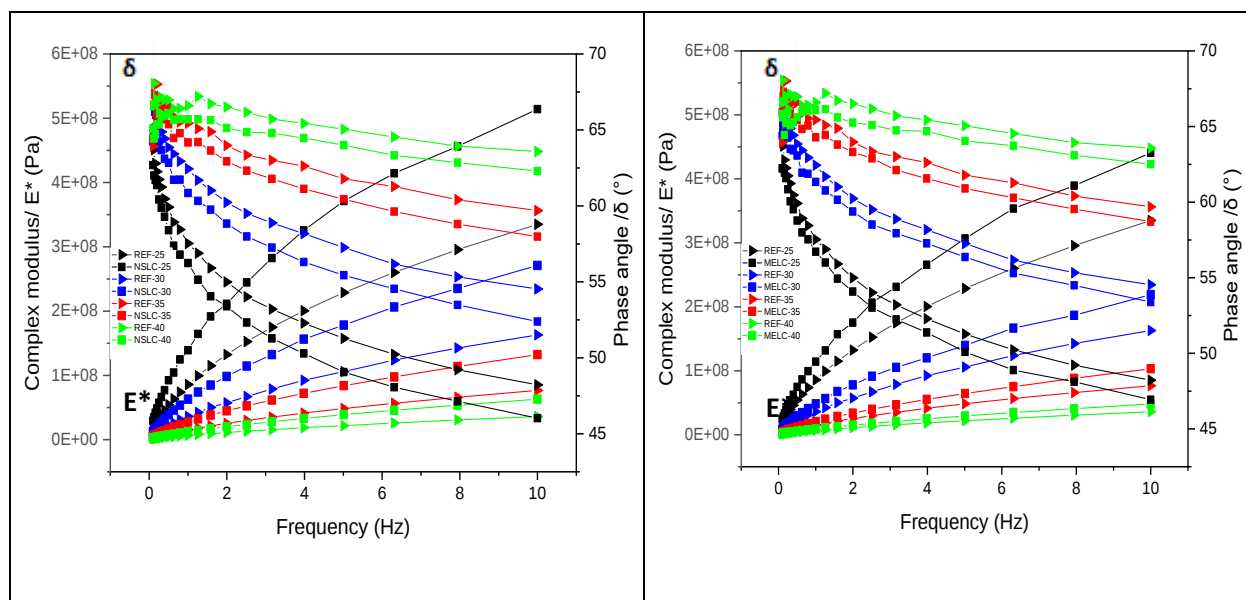


Figure IV.18 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment NSLC (à gauche) MELC (à droite)

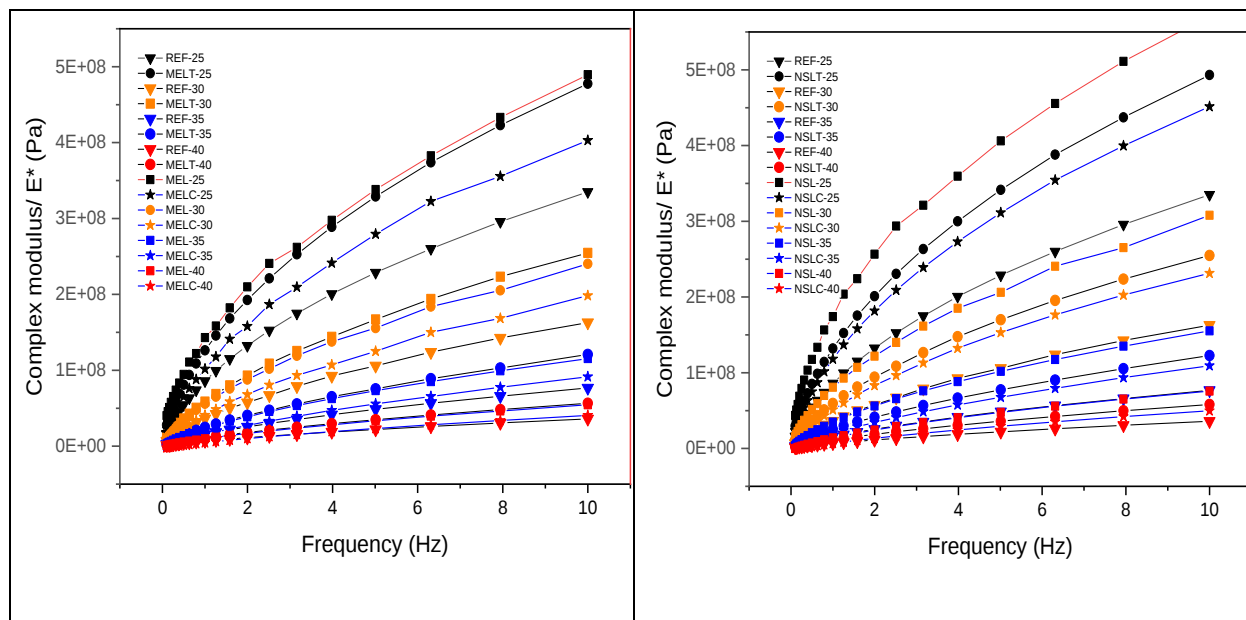


Figure IV.19 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase de filler sédiment groupe MEL et NSL

Les Figure IV.20 et Figure IV.21 présentent les courbes maitresses des asphaltes à base de filler calcaire et le sédiment ASL utilisant un bitume traditionnel (35/50) et un grade de (50/70). Le but est d'étudier l'effet du grade de bitume sur les propriétés thermomécaniques de la matrice

d'asphalte coulé à base des fillers sédiments en comparaison avec celle du témoin, un balayage de fréquences (de 0.1 à 10Hz) et de température (de 25°C à 40°C) a été effectués. Les résultats montrent que avec l'augmentation de la fréquence, on constate une diminution progressive du module complexe, à 25 C° et (10 HZ) de fréquence, le ASLB enregistre un module de $2.5E^{10}$ (Pa) contre $4.7E^{10}$ (Pa) pour ASL dont le module du témoin est égale à $4E^{10}$ (Pa), cette l'ordre du double constaté explique l'effet positif du bitume mou sur les propriété rhéologique de la matrice, cette diminution dans le module fait l'objet d'augmentation de l'ouvrabilité et de l'indentation mécanique. Cependant l'utilisation d'un grade de bitume mou peut résoudre le problème de l'ouvrabilité d'un côté et d'un autre coté réduire la quantité de bitume utilisé. On remarque aussi que le traitement à la chaux des sédiments donne des module encore meilleurs d'avantage pour les applications d'asphalte coulé.

A (25 C° et 10Hz) on constate de faible écart des angles de phase de l'ordre de (1°) entre l'asphalte témoin à base de filler calcaire (B-35/50) et les deux asphaltes (ASLB - ASLBT), cette similitude de comportement entre la matrice témoin et les deux asphaltes à base de bitume 50/70 prouve l'action positif du bitume mou sur les fillers sédiments Lorsque la température augmente les modules complexes des asphalte ASLB et ASLBT enregistrés diminues d'avantage et parfois en dessous des propriétés de l'asphalte témoin, on constate inversement la même chose pour les déformations, dans ce cas il faut une étude d'optimisation de la quantité de bitume afin de tombé sur les mêmes propriétés de l'asphalte témoin.

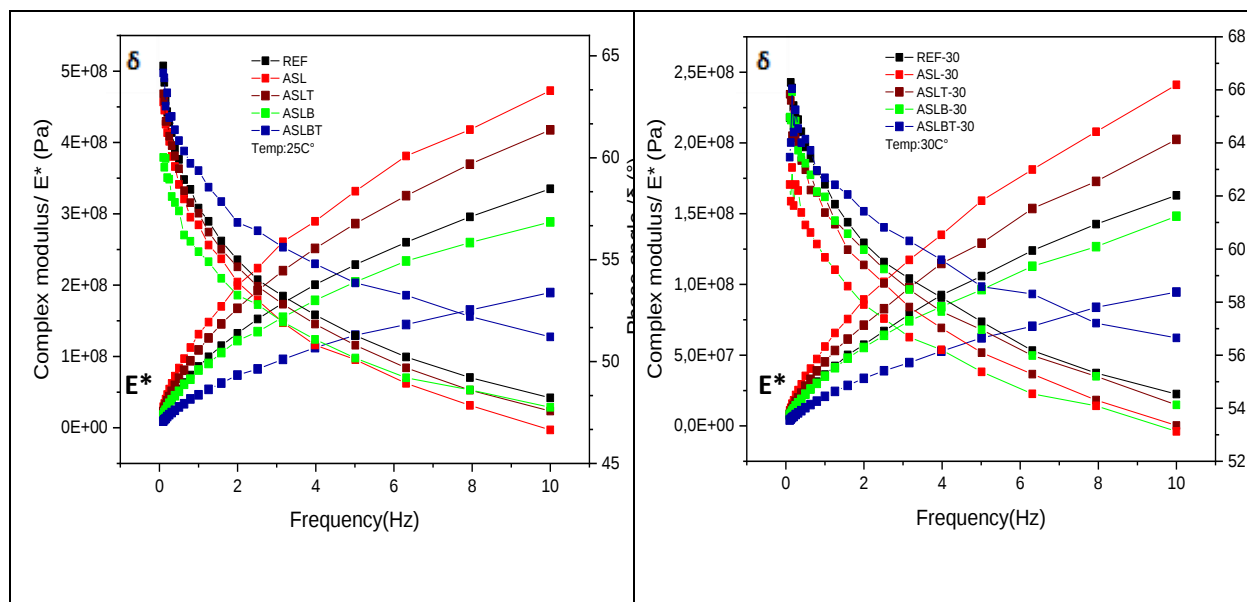


Figure IV.20 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase à 25C° et 30C° des fillers ASL-ASLT avec le bitume 35/50 et 50/70(B)

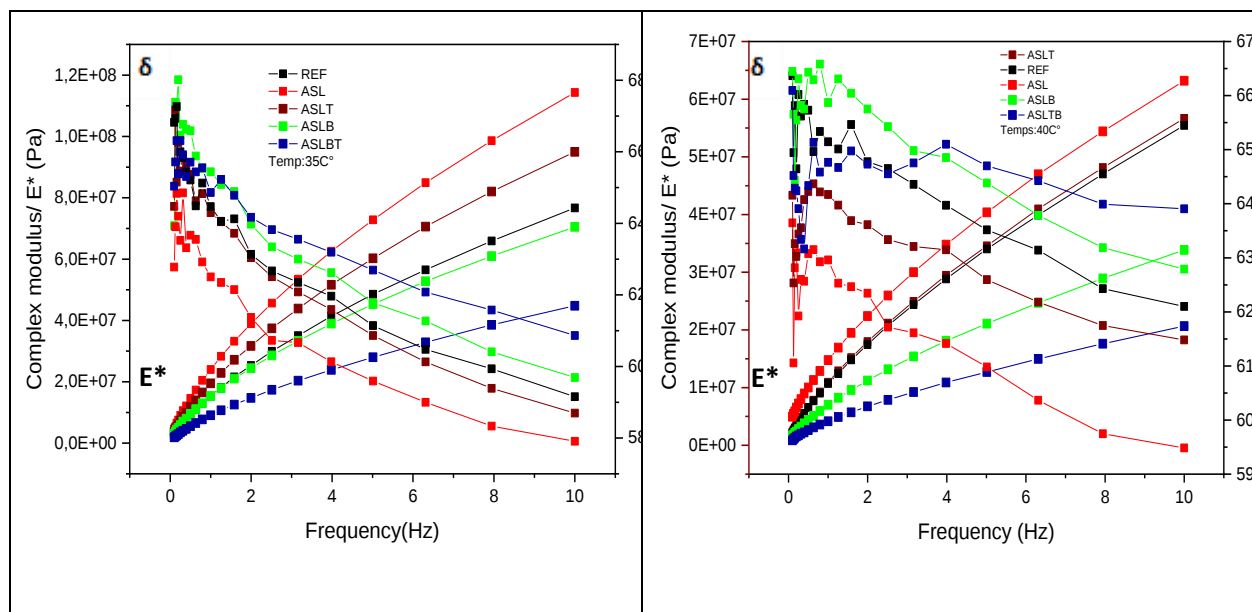


Figure IV.21 Courbe maitresse du module complexe et l'angle de phase à 35°C et 40°C des fillers ASL-ASLT avec le bitume 35/50 et 50/70(B)

IV.1.6. Conclusion

Dans cette partie d'étude le comportement thermomécanique sur les asphaltes coulé type AP1 a été effectué, les principaux points conclues sont les suivants :

- Le DMA peut être un outil efficace pour l'investigation du comportement thermomécanique (rhéologie) des asphaltes coulés soumis à plusieurs sollicitations.
- L'asphalte coulé d'étanchéité est un matériau auto-plaçant qui ne nécessite aucun compactage pour sa mise en place dont le module complexe et l'angle de phase ne doivent pas dépasser un certain seuil pour assurer la maniabilité.
- Les modules complexes de tous les asphaltes coulés présentent une tendance à la hausse avec l'augmentation de la fréquence. Ceci est inversement en lien avec la déformation.
- Le module complexe des mélanges d'asphaltes à base des fillers sédiments diminue lorsque la température augmente. Les quatre fillers sédiments ont un comportement viscoélastique sous différentes fréquences de chargement et températures où la formulation à base de filler ASL qui présente le comportement le plus proche de celui de filler calcaire (témoins),
- Le traitement à la chaux des sédiments diminue d'avantage le module dynamique comparé avec ceux des sédiments bruts.
- Le traitement thermique par calcination à 550°C des sédiments organiques MELC et NSLC a permis d'avoir de meilleurs résultats thermomécaniques (rhéologiques) par rapport aux mêmes sédiments à l'état bruts et traités à la chaux.

- Le choix du grade de bitume à une influence majeure sur le comportement viscoélastique des asphaltes coulés à base des fillers sédiments, les principales améliorations sont la maniabilité de la matrice et l'indentation admissible.

IV.2. Comportement des asphaltes coulés au vieillissement chimique

IV.2.1. Introduction

Les asphaltes coulés d'étanchéités sont utilisés avec des quantités importantes dans diverses applications tels que, l'étanchéité des bâtiments, trottoirs, jardins, caniveaux, les bassins et réservoir d'eau, les ponts et aussi dans les revêtements des sites industriels et d'autres comme décrit dans la bibliographie. Généralement les désordres dans les matériaux asphalte sont dus à l'humidité ou leurs contacts avec les milieux agressifs tels que les acides qui peuvent être générés par les produits corrosifs dans les milieux industriels ou dans les locaux d'élevages des bovins par exemple [123,121,122]. Aujourd'hui, peu de recherches sont référencées concernant l'étude du comportement de l'asphalte coulé face aux agressions extérieures [80]. Le but du présent chapitre est d'étudier les effets des milieux agressifs (acides et alcalins) sur la matrice d'asphalte coulé à base de filler sédiment (ASL).

Trois types d'asphalte ont été formulés, il s'agit de l'asphalte coulé pur (AP1) dont le filler et le sable 0/2 sont les seuls agrégats rentrant dans ce type de formulation. Ce type d'asphalte coulé est utilisé dans les premières couches pour des applications d'étanchéité de toitures terrasses, cuvelages et réservoirs et aussi dans les planchers intermédiaires.

- l'asphalte coulé sablé (AS1) qui présente la deuxième couche complexe après l'application de (AP1) et dont les agrégats utilisés dans ce type de matériaux sont le filler et les sables 0/2 et 0/4, la dernière application est l'asphalte coulé gravillonné (AG1) qui est utilisé comme protection de l'étanchéités des toitures terrasses inaccessibles destinées à la retenue temporaire des eaux pluviales ainsi celle des jardins. Cette application utilise comme matériaux le filler, le sable 0/4/ et le porphyre [90].

IV.2.2. Matériaux et méthodes

IV.2.2.1. Matériaux

IV.2.2.1.1 Granulats

Dans ce chapitre les matériaux rentrent dans la formulation des trois types d'asphalte coulé d'étanchéités (AP1), (AS1) et (AG1) sont le filler calcaire fourni par la compagnie Carbocia et les fillers sédiments nommés ASL brut et ASLT (traité à la chaux vive). Les fillers ont la granulométrie inférieures à 125µm. Un sable roulé 0/2mm, un autre semi concassé 0/4mm, et du porphyre 2/6mm. Les résultats de l'analyse granulométrique des granulats par tamisage présentés

dans la Figure IV.22. Le filler calcaire et le filler sédiment brut et traité à la chaux sont présentés dans la Figure IV.23.

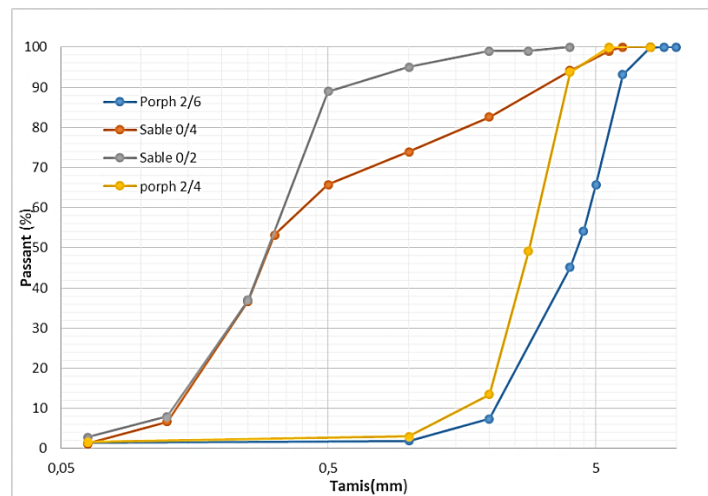


Figure IV.22 Analyse granulométrie des granulats

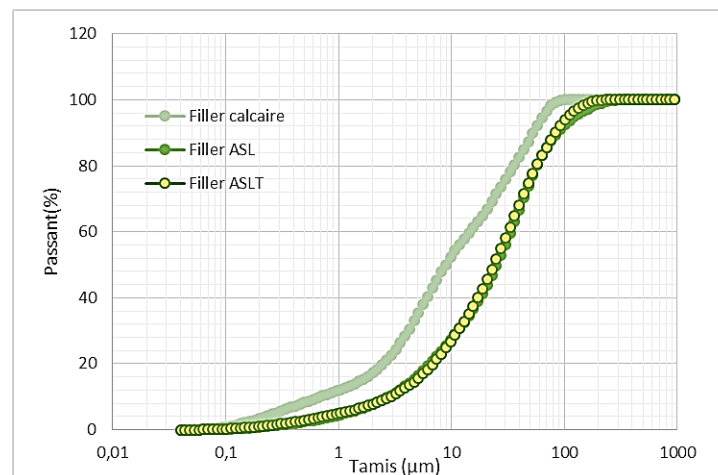


Figure IV.23 Analyse granulométrie laser des fillers

IV.2.2.1.2 Bitume

Le bitume utilisé est un bitume de qualité standard « 35/50 Nybit 40 » destiné à la production des asphaltes coulés. Le Tableau IV-1 résume les propriétés rhéologiques du bitume Nybit 40 conformément à la norme EN 12591 ainsi qu'aux spécifications définies par Nynas.

Tableau IV-1 Caractéristique de bitume

Propriété	norme	Unité	[Min- Max]
Bitume type			35/50
Pénétration à 25 C°	EN 1426	0,1mm	35,0-50
Point de ramollissement (méthode anneau et bille)	EN 1427	C°	50,0-58
Masse variation	EN 12607-1	%	0.5
Point de ramollissement augmenté	EN 1427	C°	8.0
Pénétrabilité restant à 25C°	EN 1426	%	53,0
Viscosité dynamique à 60C°	EN 12596	Pa.s	225,0

Viscosité cinématique à 135C°	EN 12595	mm ² /s	370,0
Point de rupture de Fraas	EN 12593	C°	240
Densité	EN 15326	g/cm ³	1,0-1.1
Solubilité	EN 12592	%	99,0

IV.2.2.1.3 Solutions de vieillissement

Deux solutions ont été préparées pour cette étude ; une solution acide (solution H₂SO₄/HNO₃/eau, pH = 2), solution alcaline (solution NaOH, pH = 12). L'eau déminéralisée a été utilisées comme essai de référence. Les dosages sont présentés dans le Tableau IV-2;

Tableau IV-2 Préparation de solution

Type	PH	Solutions
Milieu référence	PH=7	Eau déminéralisée
Milieu acide	PH=2	H ₂ SO ₄ et HNO ₃ (9 :1) mol
Milieu alcaline	PH=12	NaOH

IV.2.2.2. Formulation des mélanges

Les formulations des trois types d'asphalte coulé d'étanchéités sont présentées dans le Tableau IV-3. ,les pourcentages des constituants correspond aux de cahier de charge des asphalte coulé (fascicule 10) [90] et à la norme européenne des asphaltes d'étanchéité [69]. Le taux de substitution des fillers de sédiments a été fixé à 15 % pour toutes les formulations. Cette valeur a été choisie suivant les résultats des modèles obtenus précédemment.

Tableau IV-3 Formulation des asphaltes coulé

Ingrédient	AP1(%)	Application	
		AS1(%)	AG1 (%)
Bitume	22	13.5	12
Filler calcaire	34	23.8	23.8
Filler sédiment ASL	6	4.2	4.2
Sable 0/2	38	-	-
Sable 0/4	-	39	30
Porphyre 2/4	-	19.5	-
Porphyre 2/6	-	-	30

Les échantillons d'asphalte coulés ont été immergés dans les solutions de (H₂SO₄ et HNO₃) (9 :1) mol (Ph=2) et NaOH (Ph=12), ainsi un échantillon témoins (H₂O) (Ph=7) pendant une durée de 4 mois sans cycle de séchage, à la suite de la période d'immersion les échantillons ont été testés pour évaluer leurs résistances à la déformation par indentation. Les plages admissible d'indentation pour les trois applications choisit sont présentés dans le Tableau IV-4.

Tableau IV-4 Plage d'indentation de l'asphalte coulé

Application	AP1	AS1	AG1
Plage indentation (1/10) mm	$70 \leq I \leq 100$	$7 \leq I \leq 20$	$20 \leq I \leq 50$

IV.2.3. Résultats et discussion

IV.2.3.1. Morphologie

La Figure IV.24 présente la texture des asphaltes coulés immergées dans différentes solutions. D'après les images présentées, il a été constaté que les asphaltes immergés dans l'eau déminéralisée n'ont pas changés de textures de la surface. Par contre les échantillons immergés dans la solution acide (HNO_3 et H_2SO_4) montrent des altérations en surface qui sont dus principalement à la réaction chimique entre l'acide et les granulats souvent le filler calcaire. En effet, le film d'asphalte recouvrant les agrégats minéraux devient mince ce qui permet à la solution de s'infiltrer dans l'asphalte et conduit à la diminution de la capacité de liaison de bitume-agrégat. Cependant les mélanges en contact avec la solution alcaline (solution de NaOH) montrent une brillance de la surface qui peut être causé par les sels déposés sur la surface générée par des réactions de NaOH et d'autres éléments de la solution. Ces résultats concordent avec ce qui a été observé dans les travaux de A.K. Apeageyi, [134].



Figure IV.24 Morphologie des asphaltes immergés dans différentes solutions



Figure IV.25 Échantillons d'asphalte immergés dans les différentes solutions

IV.2.3.2. *Résistance à la déformation par indentation*

Afin d'évaluer les propriétés mécaniques des échantillons d'asphalte suite à leur immersion dans les différentes solutions, des essais d'indentations ont été effectués. Les résultats d'indentations sont présentés dans le Tableau IV-5. Les indentations des asphaltes immergés dans l'eau enregistrent les valeurs de 92.17 $\frac{1}{10\text{mm}}$, 12.56 $\frac{1}{10\text{mm}}$ et 48.78 $\frac{1}{10\text{mm}}$ pour les applications AP1, AS1 et AG1 respectivement, ces valeurs respectent bien les seuils limites de chaque application. En revanche, les asphaltes à base de sédiments bruts enregistrent moins d'indentation que les asphaltes à base de sédiments traités à la chaux. Il a été observé également que les échantillons immergés dans la solution basique de NaOH présentent des résultats presque similaires à celle du témoin. Cette similitude signifie que les mélanges d'asphaltes coulés résistent mieux les milieux alcalins. Contrairement aux échantillons trempés dans le milieu acide, présentent des fausses indentations, environ 110 $\frac{1}{10\text{mm}}$ enregistré pour le AP1 contre passe à 92 $\frac{1}{10\text{mm}}$ pour la référence (H_2O), cette valeur d'indentation est dû à l'altération de la couche superficielle de l'échantillon. Cette fausse augmentation a été enregistrée dans toutes les applications. En effet les asphaltes à base des sédiments traités à la chaux sont les plus affectés par la solution acide à cause de la réaction de l'acide avec de la chaux qui conduit à l'altération de la surface.

Tableau IV-5 résultat indentation

Indentation (1/10mm)									
Type asphalte	AP1			AS1			AG1		
Traitement	R	B	T	R	B	T	R	B	T
NaOH	93,08	71,89	73,12	13,25	8,14	9,78	47,09	33,82	37,22
HNO3+H2SO4	110,64	80,45	79,58	16,75	9,36	10,48	59,12	43,51	47,17
H2O	92,17	73,71	76,45	12,56	8,34	9,35	48,78	32,17	35,32

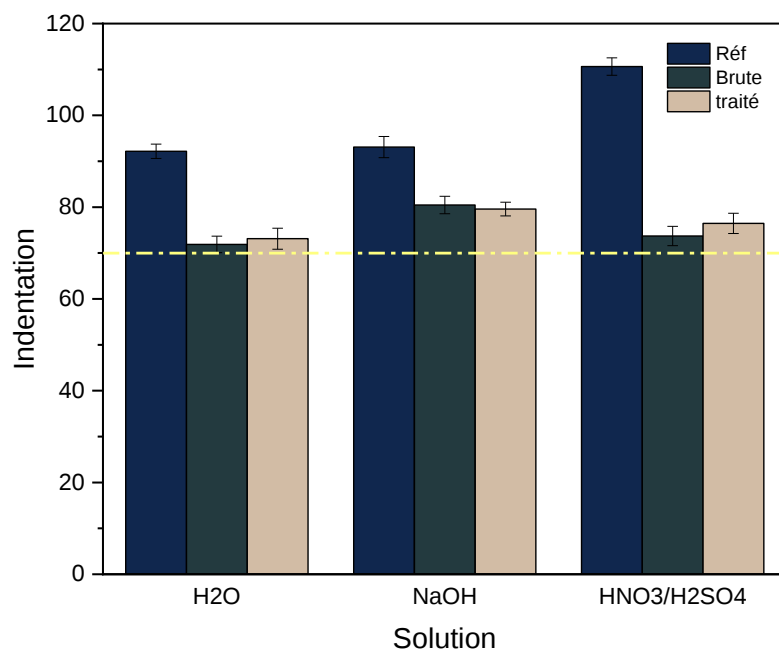


Figure IV.26 Indentation d'asphalte type (AP1)

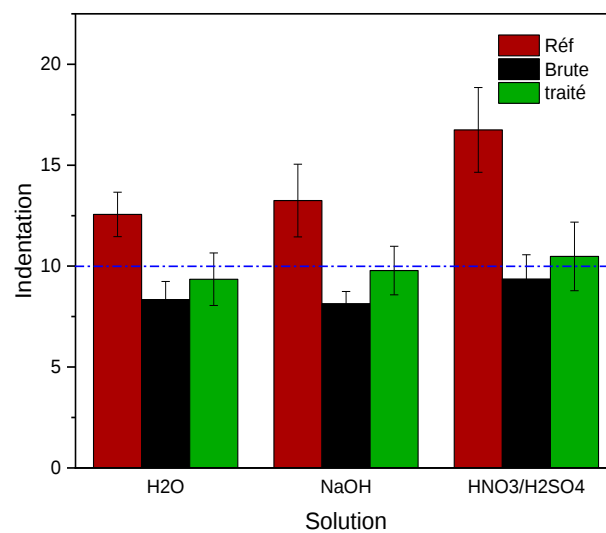
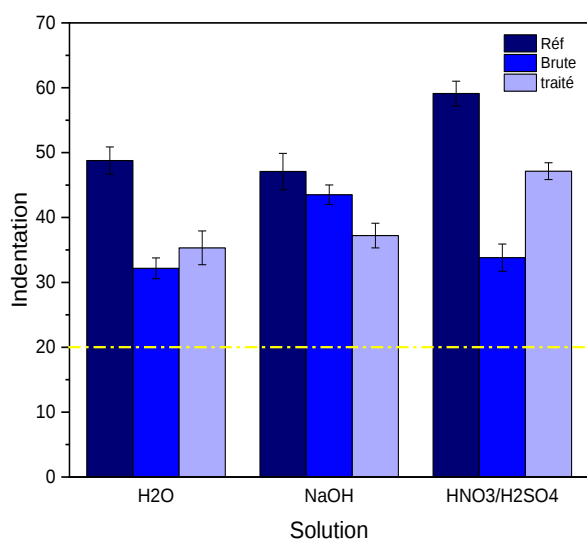


Figure IV.27 Indentation de l'asphalte coulé à droite (AG1) à gauche (AS1)

IV.2.4. Conclusion

- Les fillers sédiments bruts ont un meilleur comportement dans les milieux acides, cette résistance due à la minéralogie des sédiments qui contient des quantités important de silice et moins de calcaire.
- Décapage important de la surface des échantillons exposés dans un milieu acide pour l'échantillon témoin et celui de sédiment traité à la chaux causé par les teneurs élevés des carbonates dans ces fillers.
- L'indentation des échantillons immergés dans le milieu acide enregistrent des fausses indentations ce qui rend ce matériau défavorable dans ce milieu.
- Les échantillons d'asphaltes coulés résistent bien les milieux alcalins et préserve l'état de la surface
- Les indentations des échantillons misent dans l'eau présentent une forte étanchéité et garde également les indentations admissibles.

Conclusion général et perspectives

La présente étude entreprise dans cette thèse s'inscrit dans une problématique de gestion des sédiments de dragage, donc la gestion à terre de ces sédiments fait l'objet d'une problématique majeure dont les enjeux sont règlementaires, technique, environnementale et par la suite économique, et dans le cadre de cette thèse dont le but est la valorisation de ces sédiments en tant que matière première secondaire dans des formulations de l'asphalte coulé d'étanchéité.

L'objectif global du présent projet nommé SEDIASPHALTE est d'étudier la faisabilité technico-économique de la valorisation des sédiments de dragage en tant que substitut au filler pour la fabrication d'asphalte d'étanchéité. Cette étude permettra d'asseoir les bases techniques, scientifiques pour le développement d'une nouvelle filière industrielle de valorisation des sédiments de dragage permettant de créer une boucle d'économie circulaire.

A terme, ce travail permettra de créer, de nouveaux produits (asphaltes d'étanchéités) à base de sédiments, ce qui contribuera à dynamiser et à améliorer la compétitivité de ce secteur ainsi que le développement des entreprises régionales telle NORD ASPHALTE. Ceci contribuera également à la création d'emplois tout en préservant notre environnement.

D'un point de vue scientifique, la démarche proposée est une première mondiale par la nature des applications cibles (asphalte d'étanchéité) à base de sédiments de dragage. Pour atteindre ces objectifs, nous nous focaliserons sur 4 sédiments représentatifs des types de sédiments usuellement rencontrés en région Hauts de France. Ce nombre de 4 sédiments permettra de balayer une gamme suffisamment large en termes d'origine, de teneur en matière organique et de pollution, les Sédiments sont de types fluviaux inertes, non inertes, non dangereux, Sédiments très organiques.

Les applications visées dans cette étude sont plutôt le type asphalte pure (AP1) où les compositions sont, les fillers, le sable et le liant bitumineux. L'originalité de cette étude est d'essayer d'incorporer le plus possible de quantité de filler sédiment de différents traitements dans l'asphalte d'étanchéité et investiguée son comportement à travers les analyses qui ont été faites, par la suite apporter des solutions effectives pour la gestion des sédiments de dragage.

Les principales conclusions qui peuvent être tirées de différents chapitres dans cette thèse sont résumées comme suit :

- Dans le premier chapitre, une analyse bibliographique sur les sédiments de dragage a été réalisée tout en commence par les définitions et l'origine des sédiments de dragage, la composition générale, les caractéristiques principales physico-chimiques et environnementale qui permet de les identifier, et parmi la contrainte qui entravent la valorisation de ces sédiments est sa granulométrie fine de ces sédiments. Etant donné que ces sédiments ont une granulométrie très fine $< 125\mu\text{m}$, la possibilité de les utiliser dans les mélanges de l'asphalte coulé en tant que filler est plus adéquat que du sable,

même si la minéralogie n'est pas vraiment adaptée. Dans l'ensemble ces sédiments sont constitués principalement d'une phase minérale (quartz-calcaire-argile-feldspaths, etc.) et une fraction organique qui peut se présenter sous forme d'acide humique et fulviques, des débris de végétale et aussi des coquillages. La granulométrie est considérée comme (très fins), la contamination des sédiments par des polluants parfois organique (TBT, HAP, PCB) ainsi des traces de métaux lourds.

Etant donné que les sédiments sont classés comme déchets, les lois internationales et européennes devenu plus rigoureux et les dépôts de ces sédiments pollués en mer ne sera plus autorisé qui impacte la faune et la flore marins, alors La valorisation est une évidence car le stockage de ces sédiments est une opération coûteuse qui demande un grand espace et une surveillance à long terme. Les différents processus de traitement des sédiments pollués permet de réduire et parfois éliminé ces polluants, par ailleurs le cout de traitement n'est encore assez concurrentiel. Le traitement thermique donne des résultats prometteurs sur le plan d'élimination de la matière organique (débris végétal et animale), contrairement le traitement à la chaux vive ne permet pas d'éliminé cette matière organique mais peut être contribué à réduire l'impact de cette matière organique sur certaines propriétés tels que l'absorption de bitume.

- Le deuxième chapitre résume la caractérisation des sédiments proposés dans le cadre de cette thèse, ces sédiments à pour remplacer ou substitué une partie des fillers calcaire utilisés dans la fabrication des asphaltes coulé pour étanchéité, il y avait quatre sédiments fluviaux Noyelles –sous – Lens (NSL), aire sur la lys (ASL), Métropole européenne de Lille (MEL) et Communauté Urbaine d'Arras (ARS). Des analyse physico-chimique, minéralogique ont été réalisés pour identifier certains paramètres qui pourraient révéler le comportement de ces sédiments en contact avec les liants, cette phase permet de conclure les éléments suivants :

D'après l'analyse granulométrique, les sédiments peuvent être classés comme étant limoneux à limoneux sableux avec une fraction fine relativement dominantes (environ 70%), la matière organique présente dans tous les sédiments de dragage avec des teneurs différentes, dont les sédiments NSL et MEL sont les plus organiques avec 14 et 11% respectivement , cela provoque la limitation de la quantité incorporé dans la matrice, par la suite ces sédiments ont besoin de traitement pour qu'elles seront validé. Le moins organique a été enregistré par le sédiment ASL et ARS.

Selon les résultats des analyses minéralogique les sédiments sont riches en silice SiO_2 , et relativement faible en calcite CaCO_3 . Concernant l'évaluation le potentielle de la toxicité et polluants des six sédiments étudié, on constate que tous ces sédiments étudié ne contiennent pas d'éléments toxique et classé non inerte et non dangereux en exception le sédiment ASL classé Inerte non dangereux.

Le traitement des sédiments par calcination permet d'éliminer la quasi-totalité de la matière organique qui permet de d'obtenir des résultats d'indentation notable.

Une tendance entre les vides inters granulaires et la matière organique « plus de matière organique dans les sédiments provoque plus de vides inter granulaire »

Une tendance notable entre les vides inters granulaires et l'indentation bien remarquable « plus de vides inter granulaire plus l'indentation est faible plus la matrice est ferme »

Une corrélation importante entre l'indentation et la matière organique « plus le matériau est organique plus l'indentation est faible

Le sédiment brut ASL est le plus adapté pour la formulation des matrices de l'asphalte coulé à cause de leur faible teneur en matière organique relativement par rapport aux autres sédiments et qui donne des résultats acceptables.

- Le chapitre III résume la partie formulation de l'asphalte coulé d'étanchéité (mortier d'asphalte type AP1). D'après les résultats de caractérisations des fillers sédiments, et les résistances à la déformation par d'indentation des asphaltes coulés et les corrélations faites sur les différentes propriétés on peut conclure que :
 - Les sédiments de dragage utilisés sont non dangereux inerte comme ASL et non inertes pour ARS, MEL et NSL ce qui leur donne la possibilité de valorisation vis-à-vis aux réglementations environnementales.
 - Seul le sédiment brute ASL qui donne des résultats d'indentation satisfaisante tout en augmentant la quantité de bitume maximale 22%, l'incorporation d'autres sédiments provoque un durcissement notable de la matrice ce qui rend la mise en œuvre difficile et parfois impossible comme le cas de NSL et MEL.
 - Le traitement des sédiments à 3% de chaux vive (CaO) permet à améliorer légèrement l'indentation des mélanges d'asphaltes par la réaction chimique entre la matière organique et l'alcalinité de la chaux (échange ionique).
 - Le traitement des sédiments par calcination permet d'éliminer la quasi-totalité de la matière organique qui permet de d'obtenir des résultats d'indentation très favorable.
 - Une corrélation entre les vides inters granulaires et la matière organique « plus de matière organique dans les sédiments plus de vides inter granulaire »
 - Une tendance inversement linéaire entre les vides inters granulaire et l'indentation « plus de vides inter granulaire plus l'indentation est faible », et également une corrélation importante entre l'indentation et la matière organique, « plus le matériau est organique plus l'indentation est faible ».

- Le chapitre IV étudier le comportement thermomécanique des mortiers d'asphalte (Asphalte coulé AP1), on peut conclure les points suivants : Le DMA peut être un outil efficace pour effectuer des analyses dynamiques de liant (bitume) et du mortier d'asphalte soumis à plusieurs sollicitations, température et fréquence de chargement. Le module complexe de tous les mortiers d'asphalte connu une tendance à la hausse avec la croissance de la fréquence.
- Sous la même charge de fréquence, la déformation dynamique exprimé par l'angle de phase change avec la fréquence de charge, plus la fréquence est faible plus le module complexe se dirige vers la baisse et plus la déformation est importante.
- L'angle de phase qui représente la déformation varie en fonction de la température d'essai et les fréquences de charge, En effet les quatre fillers sédiments ont de différents comportements viscoélastique sous les conditions du chargement et de température, pour les asphaltes coulés sachant que la matrice à base de filler ASL à marquer le comportement le plus proche de celui de filler calcaire (témoins), les fillers MEL et NSL enregistrent des modules complexes élevés causés par leur forte teneur en matière organique .
- Le traitement chimique à la chaux des sédiments offre des modules dynamiques mieux que celles des sédiments bruts, cette amélioration peut être expliquée par la réaction entre la chaux et la matière organique qui réduit l'absorption du bitume.
- Le traitement thermique des sédiments organiques sélectionnés dans l'étude (MELC et NSLC) a présenté des résultats mieux que celles des sédiments traités à la chaux et de bruts, ce qui confirme l'impact de la matière organique sur les propriétés.
- Le grade de bitume à une influence majeure sur le comportement thermomécanique des mortiers d'asphalte, et l'utilisation de grade mou tel que (50/70) peut être une solution pour les fillers sédiments afin d'avoir un comportement similaire à celui du témoin.
- Notamment dans ce chapitre on a étudié le comportement de l'asphalte coulé sous des conditions de vieillissement utilisant deux solutions, acide ($\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$) et alcalin (NaOH), Cependant dans les mêmes conditions de temps de vieillissement, les fillers à base de sédiment brute résistent mieux que celles des sédiments traités à la chaux .En effet une altération non négligeable observée sur la surface des échantillons immergés dans le milieu acide , la réaction de l'acide et le calcaire contiennent ces fillers est la cause principale de cette altération et à la diminution de la masse des échantillons .
- L'indentation des échantillons dans le milieu acide semble admissible, mais il s'agit d'une fausse indentation car la couche supérieure frittée et par la suite entraîne l'enfoncement du poinçon. L'environnement basique n'a aucun impact sur les échantillons et les indentations sont acceptables par rapport à la référence.

- La conclusion générale qui peuvent être tirée de cette étude est que principalement les sédiments de dragage sont des matériaux ont une granulométrie fins d'avantage, ce qui favorise leur utilisation en tant que filler dans une matrice hydrocarbonée, par ailleurs la forte teneur de matière organique favorise l'absorption du bitume libre qui conduit à la diminution de la maniabilité. Le seul sédiment brut qui peut être sélectionné et avec des réserves d'optimisation est le sédiment ASL qui présente un caractère inerte et non dangereux selon la classification environnementale et qui possède une faible teneur en matière organique et par la suite donne des indentations acceptables pour certaines formulations.

Le traitement thermique par calcination à 550C° des sédiments organiques tels que le sédiment MEL et NSL peuvent rendre leurs valorisations possibles, ainsi le traitement chimique par la chaux qui marque une légère amélioration des valeurs d'indentations.

Les propriétés viscoélastiques étudiées qualifié encore une autre fois le sédiment ASL qui présente un comportement plus proche à celui de filler traditionnel (calcaire). En outre, la matrice à base de filler sédiment résiste mieux que les asphaltes à base le filler calcaire dans les milieux acide vue leurs compositions minéralogiques sont faibles en calcaire.

Perspectives :

- Pour aller plus loin dans la compréhension le comportement des fillers sédiment sur le plan rhéologique, il est important de compléter ces études par une étude approfondie de la viscosité et l'évaluation des forces de liaison entre le liant et différents substrats d'agrégats et dans les différentes conditions climatiques et environnementales.
- Etudier de la mouillabilité, la porosité et l'adhérence ainsi la microstructure des matrices à base de fillers sédiments, également la détermination de l'énergie libre totale par la mesure de l'angle de contact bitume-fillers.
- Une étude spécifique à l'échelle nanométrique qui sera effectuée, il s'agit d'une simulation dynamique moléculaire pour étudier l'adhérence et l'interface bitume –fillers sédiment et comprendre quel type de tension active qui joue le rôle important sur l'adhésion

- Annexes

Annexe 1 : Règlementation de gestion des sédiments

Annexe 2 : Normes et fascicule d'asphalte

Annexe 3 : Fiche produit



**VALEURS LIMITES APPLICABLES AUX DECHETS ADMISSIBLES DANS
UNE ISDND (Installation de Stockage de Déchets Non Dangereux)
ET UNE ISDI (Installation de Stockage de Déchets Inertes)**

Selon la réglementation en vigueur suivante :

- Décision N°2003/33/CE du 19/12/02 établissant des critères et des procédures d'admission des déchets dans les décharges, conformément à l'article 16 et à l'annexe II de la directive 1999/31/CE
- Arrêté du 09/09/97 relatif aux installations de stockage de déchets non dangereux modifié par Arrêté du 12/03/12
- Arrêté du 12/12/14 relatif aux conditions d'admission des déchets inertes dans les installations inertes relevant de la rubrique 2760 de la nomenclature des installations classées.

1- Valeurs limites en matière de lixiviation

Les valeurs limites suivantes s'appliquent aux déchets admissibles dans les ISDND et les ISDI ; elles sont calculées, en terme de relargage cumulé, sur la base d'un ratio liquide-solide (L/S) soit de 2 l/kg, soit de 10 l/kg ;

- Pour les déchets admissibles dans les ISDND :

Le test de lixiviation normalisé NF EN 12457-2 est celui qui doit être appliqué. L'analyse des concentrations contenues dans le lixiviat porte sur les métaux (As, Ba, Cr total, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Sb, Se et Zn), les fluorures, l'indice phénols, le carbone organique total sur éluat ainsi que sur tout autre paramètre reflétant les caractéristiques des déchets en matière de lixiviation. La siccité du déchet brut et sa fraction soluble sont également évaluées.

- Pour les déchets admissibles dans les ISDI :

Le test de lixiviation normalisé NF EN 12457-2 est celui qui doit être appliqué. L'admission de déchets est soumise à une évaluation du potentiel polluant du déchet par un essai de lixiviation pour les paramètres définis ci-dessous et une analyse du contenu total pour les paramètres définis au paragraphe 2.

LES DECHETS NE RESPECTANT PAS CES CRITERES NE PEUVENT PAS ETRE ADMIS.

Composant	L/S = 10 l/kg	
	Matière sèche en mg/kg	
	Classe 3	Classe 2
As	0,5	2
Ba	20	100
Cd	0,04	1
Cr total	0,5	10
Cu	2	50
Hg	0,01	0,2
Mo	0,5	10
Ni	0,4	10
Pb	0,5	10
Sb	0,06	0,7
Se	0,1	0,5
Zn	4	50
Chlorures	800 (i)	15 000
Fluorures	10	150
Sulfates	1 000(*) (i)	20 000
Indice Phénols	1	10
COT sur éluat	500 (**)	800 (\$)
FS (fraction soluble)	4 000 (***) (i)	60 000 (\$\$)

(i) Si le déchet ne respecte pas au moins une des valeurs fixées pour le chlorure, le sulfate ou la fraction soluble, le déchet peut être encore jugé conforme aux critères d'admission s'il respecte soit les valeurs associés au chlorure et au sulfate, soit celle associée à la fraction soluble.

(*) Si le déchet ne respecte pas ces valeurs pour le sulfate, il peut encore être jugé conforme aux critères d'admission si la lixiviation ne dépasse pas les valeurs suivantes : 1 500 mg/l de C 0 à un ratio L/S = 0,1 l/kg et 6 000 mg/kg à un ratio L/S = 10 l/kg. Il est nécessaire d'utiliser un essai de percolation pour déterminer la valeur limite lorsque L/S = 0,1 l/kg dans les conditions d'équilibre initial ; la valeur correspondant à L/S = 10 l/kg peut être déterminée par un essai de lixiviation en bâchée ou par un essai de percolation dans des conditions approchant l'équilibre local.

(**) Si le déchet ne satisfait pas aux valeurs indiquées pour le carbone organique total sur éluat à sa propre valeur de pH, il peut aussi faire l'objet d'un essai avec un rapport L/S = 10 l/kg et un pH compris entre 7,5 et 8. Le déchet peut être jugé conforme aux critères d'admission pour le COT sur éluat si le résultat de cette détermination ne dépasse pas 500 mg/kg (un projet de méthode fondé sur la prénorme européenne n°14429 est disponible).

(***) Les valeurs correspondant à la fraction soluble (FS) peuvent être utilisées à la place des valeurs fixées pour le sulfate et le chlorure.

(\$) Si le déchet ne satisfait pas aux valeurs indiquées pour le carbone organique total sur éluat à sa propre valeur de pH, il peut aussi faire l'objet d'un essai avec un rapport L/S = 10 l/kg et un pH compris entre 7,5 et 8. Le déchet peut être jugé conforme aux critères d'admission pour le COT sur éluat si le résultat de cette détermination ne dépasse pas 800 mg/kg (un projet de méthode fondé sur la prénorme européenne n°14429 est disponible).

(\$\$) Les valeurs correspondant à la FS peuvent être utilisées à la place des valeurs fixées pour le sulfate et le chlorure.



**VALEURS LIMITES APPLICABLES AUX DECHETS ADMISSIBLES DANS
UNE ISDND (Installation de Stockage de Déchets Non Dangereux)
ET UNE ISDI (Installation de Stockage de Déchets Inertes)**

2- Valeurs limites pour le contenu total des paramètres organiques

Outre les valeurs limites de lixiviation visées au point 1, les déchets doivent satisfaire aux valeurs limites supplémentaires figurant ci-dessous :

Paramètre	Valeur mg/kg de déchet sec	
	Classe 3	Classe 2
COT (Carbone Organique Total)	30 000 (*)	50 000 (**)
BTEX (Benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes)	6	30
PCB (Polychlorobiphényles 7 congénères)	1	50
Hydrocarbures (C10 à C40)	500	5 000
HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques)	50	100

(*) Pour les sols, une valeur limite plus élevée peut être admise par l'autorité compétente, à condition que la valeur limite de 500 mg/kg soit respectée pour le COT sur éluat pour L/S = 10 l/kg, soit au pH du sol, soit pour un pH situé entre 7,5 et 8,0.

(**) Pour les sols, une valeur limite plus élevée peut être admise par l'autorité compétente, à condition que la valeur limite de 800 mg/kg soit respectée pour le COT sur éluat pour L/S = 10 l/kg, soit au pH du sol, soit pour un pH situé entre 7,5 et 8,0.



OFFICE DES
ASPHALTES

CAHIER DES CHARGES

FASCICULE 10

Edition mai 2020



CAHIER DES PRESCRIPTIONS ADMINISTRATIVES ET TECHNIQUES COMMUNES AUX ASPHALTES COULÉS

9, rue de Berri - 75008 PARIS
Tél. : 01 44 13 32 00 - E-mail : info@asphaltes.org - WEB : www.asphaltes.org

FA046505

ISSN 0335-3931

norme européenne

norme française

NF EN 12970
Décembre 2000

Indice de classement : **P 84-317**ICS : **75.140 ; 91.100.50**

Asphalte coulé pour étanchéité

Définitions, spécifications et méthodes d'essai

E : Mastic asphalt for waterproofing — Definitions, requirements and test methods
 D : Gußasphalt und Asphaltmastix für Abdichtungen — Definitionen, Anforderungen und Prüfverfahren

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR le 5 novembre 2000 pour prendre effet le 5 décembre 2000.

Remplace la norme homologuée NF P 84-305, de décembre 1977.

Correspondance La Norme européenne EN 12970:2000 a le statut d'une norme française.

Analyse

Le présent document définit les asphaltes coulés pour revêtements d'étanchéité et fixe les caractéristiques, les essais qui devront être appliqués pour vérifier ces caractéristiques et les recommandations concernant la fabrication et le transport du matériau.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : asphalte, produit bitumineux, matériau d'étanchéité, revêtement, définition, classification, composant, mastic, bitume, granulats, calcaire, composition, essai, fabrication, mélange, stabilité dimensionnelle.

Modifications Par rapport au document remplacé, révision technique.

Corrections

Éditée et diffusée par l'Association Française de Normalisation (AFNOR), Tour Europe 92049 Paris La Défense Cedex
 Tél. : 01 42 91 55 55 — Tél. international : + 33 1 42 91 55 55

© AFNOR 2000

AFNOR 2000

1^{er} tirage 2000-12-F

norme française

NF EN 12697-35
14 Juillet 2017

 Indice de classement : **P 98-818-35**
ICS : 75.140 ; 93.080.20

Mélanges bitumineux — Méthodes d'essais — Partie 35 : Malaxage de laboratoire

E : Bituminous mixtures — Test methods — Part 35: Laboratory mixing
D : Asphalt — Prüfverfahren — Teil 35: Labormischung

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR.

Remplace la norme homologuée NF EN 12697-35+A1, de septembre 2007.

Correspondance

La Norme européenne EN 12697-35:2016 a le statut d'une norme française.

Résumé

Le présent document décrit le malaxage de matériaux bitumineux en laboratoire dans le cadre de la fabrication d'éprouvettes. Il définit les températures de compactage de référence pour le mélange en fonction du grade du liant pour les bitumes routiers et les bitumes routiers de grade dur.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : produit bitumineux, mélange, bitume, liant, route, chaussée, essai, essai de laboratoire, malaxage, mode opératoire, émulsion, mousse, essai mécanique, compactage, température.

Modifications

Par rapport au document remplacé, révision de la norme.

Corrections

Afnor, Saga Web
Pour : IMT LILLE DOUAI

NF EN 12697-21:2012-09

FA174518

ISSN 0335-3931

norme européenne

norme française

NF EN 12697-21

Septembre 2012

Indice de classement : **P 98-818-21**

ICS : 75.140 ; 93.080.20

Mélanges bitumineux

Méthodes d'essai pour mélange hydrocarboné à chaud

Partie 21 : Essai d'indentation de plaques

E : Bituminous mixtures — Test methods for hot mix asphalt — Part 21: Indentation using plate specimens

D : Asphalt — Prüfverfahren für Heiasphalt — Teil 21: Eindringversuch an Platten

Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR le 1^{er} août 2012 pour prendre effet le 1^{er} septembre 2012.

Remplace la norme homologuée NF EN 12697-21, de juin 2004.

Correspondance

La Norme européenne EN 12697-21:2012 a le statut d'une norme française.

Analyse

Le présent document spécifie une méthode d'essai permettant de mesurer l'indentation d'un asphalte coulé lorsqu'il est soumis à la pénétration d'un poinçon normalisé cylindrique à embout plat circulaire, à des valeurs données de température et de charge et pour un temps d'application fixé. Il s'applique à des asphaltes coulés dont la dimension nominale maximale des granulats est inférieure ou égale à 16 mm.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : produit bitumineux, produit hydrocarboné, mélange, chaussée, essai de pénétration, détermination, profondeur, échantillonnage, conditions d'essai, précision.

Modifications

Par rapport au document remplacé, révision de la norme.

Corrections

Éditée et diffusée par l'Association Française de Normalisation (AFNOR) — 11, rue Francis de Pressensé — 93571 La Plaine Saint-Denis Cedex
Tél. : + 33 (0)1 41 62 80 00 — Fax : + 33 (0)1 49 17 90 00 — www.afnor.org

© AFNOR 2012

AFNOR 2012

1^{er} tirage 2012-09-F



Afnor, Saga Web
Pour : TMT LILLE DOUAI

NF EN 13043:2003-08

FA046826

ISSN 0335-3931

norme européenne

norme française

NF EN 13043
Août 2003

Indice de classement : **P 18-602**

ICS : 91.100.15 ; 93.080.20

Granulats pour mélanges hydrocarbonés et pour enduits superficiels utilisés dans la construction des chaussées, aéroports et d'autres zones de circulation

E : Aggregates for bituminous mixtures and surface treatments for roads,
airfields and other trafficked areas
D : Gesteinskörnungen für Asphalt und Oberflächenbehandlungen für Straßen,
Flugplätze und andere Verkehrsflächen

© AFNOR 2003 — Tous droits réservés



Norme française homologuée

par décision du Directeur Général d'AFNOR le 5 juillet 2003 pour prendre effet le 5 août 2003.

Est destinée à remplacer partiellement la norme expérimentale XP P 18-540, d'octobre 1997.

Correspondance

La Norme européenne EN 13043:2002, avec son corrigendum AC:2004, a le statut d'une norme française.

Analyse

Le présent document spécifie les caractéristiques des granulats et des fillers élaborés à partir de matériaux naturels, artificiels ou de recyclage afin d'être incorporés dans les mélanges hydrocarbonés et les enduits superficiels utilisés dans la construction des chaussées, aéroports et autres zones de circulation.

Descripteurs

Thésaurus International Technique : route, chaussée, aéroport, granulats, enduit, définition, gravillon, sable, dimension, caractéristique physique, fragmentation, résistance à l'abrasion, résistance à l'usure, masse volumique, caractéristique chimique, granularité, contrôle de qualité, résistance au gel-dégel, désignation, marquage, étiquetage.

Modifications

Par rapport au document partiellement remplacé, adoption de la norme européenne.

Corrections

Par rapport au 4^e tirage, modification au Tableau 29.

Éditée et diffusée par l'Association Française de Normalisation (AFNOR) — 11, avenue Francis de Pressensé — 93571 Saint-Denis La Plaine Cedex
Tél. : +33 (0)1 41 62 80 00 — Fax : +33 (0)1 49 17 90 00 — www.afnor.org

© AFNOR 2003

AFNOR 2003

5^e tirage 2006-11-F



FICHE TECHNIQUE

Nybit 40

Nybit 40 est un bitume routier et est conforme à la norme EN 12591 ainsi qu'aux spécifications définies par Nynas.

Bitume Routier 35/50

Spécifications	Méthode	Unité	Min	Max
Consistance à température intermédiaire de service				
Pénétrabilité à 25°C	EN 1426	mm/10	35	50
Consistance à température de service élevée				
Point de ramollissement B&A	EN 1427	°C	50	58
Durabilité				
Résistance au durcissement à 163°C				
Variation en masse	EN 12607-1	%		0.50
Augmentation de point de ramollissement	EN 1427	°C		8
Pénétrabilité restante à 25°C	EN 1426	%	53	
Caractéristiques techniques				
Viscosité dynamique à 60°C	EN 12596	Pa.s	225	
Viscosité cinématique à 135°C	EN 12595	mm²/s	370	
Point de fragilité Fraass	EN 12593	°C		-5
Densité	EN 15326	g/cm³	1.000	1.050
Solubilité	EN 12592	%	99,0	
Information complémentaire	Méthode	Unité	Min	Max
Sécurité & mise en oeuvre				
Point d'édair	EN ISO 2592	°C	240	
Température de pompage, minimum	-	°C	130	
Température moyenne d'utilisation et de stockage	-	°C	155	175
Température maximum de manipulation et de stockage	-	°C		200

Ce produit répond aux exigences de la norme EN 12591 pour les bitumes à usage routier et a obtenu la marquage CE.

Pour des informations spécifiques relatives à la manipulation et au stockage, nous vous invitons à consulter la fiche d'information produit ainsi que la fiche de données de sécurité, disponible au www.nynas.com. Bien que les données fournies dans cette fiche aient fait l'objet de la plus grande attention, Nynas ne peut être tenu responsable de fautes ou erreurs éventuelles.

NYNAS N.V.
Pegasuslaan 5, B-1831 Diegem,
T +32 2 709 68 35 F +32 2 725 10 91

BE - 08/2018



AZALT®**BITUMES ROUTIERS DE LA NORME NF EN 12591****CARACTÉRISTIQUES TECHNIQUES**

Exclusivité
Total

CARACTERISTIQUES	METHODE	AZALT						
		20/30 HM	20/30	35/50	50/70	70/100	100/150	160/220
Pénétrabilité à 25 °C dmm	EN 1426	20-30	20-30	35-50	50-70	70-100	100-150	160-220
Point de ramollissement bille et anneau °C	EN 1427	55-63	55-63	50-58	46-54	43-51	39-47	35-43
Module complexe E* (15°C ; 10Hz) MPa	Total 763	≥200						
Point d'éclair (Cleveland) °C	EN ISO 2592	≥240	≥240	≥240	≥230	≥230	≥230	≥220
Solubilité %	EN 12592	≥99,0	≥99,0	≥99,0	≥99,0	≥99,0	≥99,0	≥99,0
Teneur en paraffine %	EN 12606-2	≤4,5	≤4,5	≤4,5	≤4,5	≤4,5	≤4,5	≤4,5
APRES VIEILLISSEMENT RTFOT	EN 12607-1							
Variation de masse %	-	≤0,5	≤0,5	≤0,5	≤0,5	≤0,8	≤0,8	≤1,0
Pénétrabilité restante %	EN 1426	≥55	≥55	≥53	≥50	≥46	≥43	≥37
Point de ramollissement bille et anneau °C	EN 1427	≥57	≥57	≥52	≥48	≥45	≥41	≥37
Augmentation du point de ramollissement °C	EN 1427	≤8	≤8	≤8	≤9	≤9	≤10	≤11
DENSITES ET TEMPERATURES D'UTILISATION								
Densité relative à 25 °C*		1.045	1.045	1.030	1.025	1.020		1.010
Densité relative à la Température d'enrobage**		0.954	0.954	0.945	0.943	0.942		
Température d'enrobage °C		160-170	160-170	150-160	145-155	140-150		
Température de Stockage °C		155-165	155-165	145-155	140-150	135-145		125-135
Température de Stockage prolongé (>7jours) °C		135-145	135-145	125-135	120-130	115-125		105-115
Température de compactage °C		115-140	115-140	110-135	105-130	100-125		

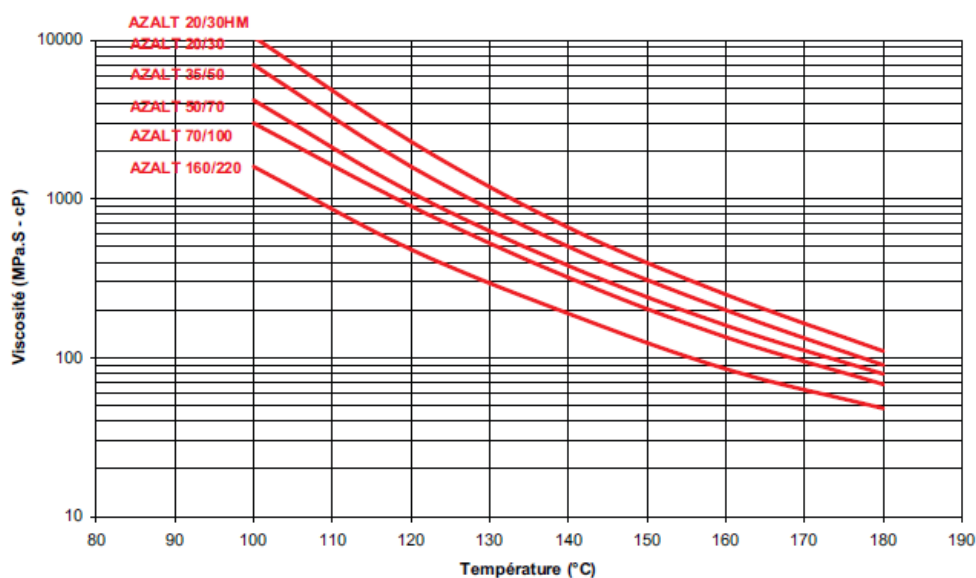
* valeurs typiques
** valeurs calculées

Révision : 2009/06

Les informations techniques figurant sur cette fiche sont fournies à titre indicatif et ne sont pas exhaustives. Elles ne sauraient, en aucun cas, engager notre responsabilité en ce qui concerne les procédés d'utilisation du produit ou les résultats obtenus. Le choix et la mise au point de ces procédés incombent aux utilisateurs sous leur entière responsabilité. Pour plus de renseignements, contacter notre service commercial.

TOTAL RAFFINAGE MARKETING
Direction BITUMES, 562 avenue du Parc de l'île
92029 Nanterre cedex

AZALT®

VISCOSITÉ DES BITUMES AZALT EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE**CONDITIONNEMENT**

AZALT® du 20/30 au 160/220 : Vrac pour expédition par camion-citerne

AZALT 20/30, 35/50 et 70/100 DRUM 190 : Fût de 190 litres

Révision : 2009/06

Les informations techniques figurant sur cette fiche sont fournies à titre indicatif et ne sont pas exhaustives. Elles ne sauraient, en aucun cas, engager notre responsabilité en ce qui concerne les procédés d'utilisation du produit ou les résultats obtenus. Le choix et la mise au point de ces procédés incombent aux utilisateurs sous leur entière responsabilité. Pour plus de renseignements, contacter notre service commercial.

TOTAL RAFFINAGE MARKETING
Direction BITUMES, 562 avenue du Parc de l'île
92029 Nanterre cedex



Valide jusqu'au 30/06/2018 – Mise à jour Janvier 2018

Description du Produit

Carbonate de Calcium

Calcaire de Lunel

Caractéristiques du Produit

Addition Calcaire pour Béton Hydraulique

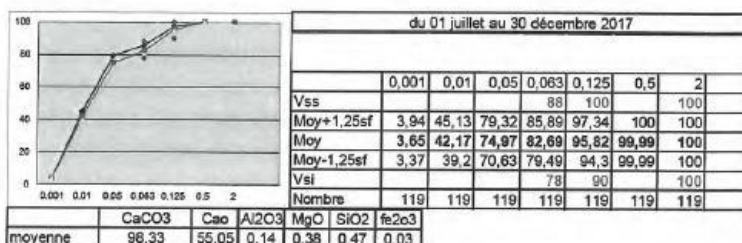
NFP 18-508 EN 12-620+A1 Catégorie A-FM

	Moy	Min	Max		Vsi	Vss
Masse volumique	2.79			NFEN 1097-7		
Teneur en eau	0.07			NFEN 1097-5		1%
Surface massique Blaine	366			NFEN 196-6	300	
Indice d'activité à 28 jours	77.11			NFEN 196-1	71	
Coefficient d'activité	0.25			NFEN 196-1		
Valeur de Bleu	0.93	0.89	0.96	NFEN 933-9		3
CaCO ₃	98.33			NFEN 196-2	95	
Teneur en matière organique	0.07 %			NFEN 13639		0.2
Teneur en chlore	0.006 %			NFEN 1744-1 7		0.1
Teneur en alcalin	0.02 %			NFEN 196-2		
Teneur en Sulfate	0.07 %			NFEN 1744-1 12		0.15
Teneur en Soufre Total	0.01%			NFEN 1744-1 11		0.4
Qualification Alkali-réaction	NR					
Passant < 63 microns	82.7	79.5	85.9		78	88
Passant < 0,125 mm	95.8	94.3	97.3		90	100
Passant < 2 mm	100	100	100		100	100

d10 : 2.176

d50 : 15.166

d90 : 91.997

NFP 18-508-A-FM
EN 12-620+A1

The stated values and properties are the result of extensive development work, practical experience and accepted test methods. Our recommendations for application are supplied as a technical service. Carbocia retains the right to make changes to any data listed above to improve the products or their application. This data sheet supersedes all earlier technical data on this product.

Carbocia

www.carbocia.com

+33 320 79 55 56



ZA PARC A - 14, rue de l'EPINOY
CS 60120 - TEMPLEMARS
59637 WATTIGNIES CEDEX
☎ 03 20 58 28 24 - ✉ 03 20 58 20 21
www.stbmateriaux.fr - negoco@stbmateriaux.fr
SAS au capital de 100 000 000 F
R.S.B. 5.000.042 501 278 89954 - SIRET 501 278 89954 - F.N.A. 501 278 899 270

SABLE 0/2 ROULE

Partie contractuelle

Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage
Norme

Classe granulaire

0	2
---	---

Norme NF P 18-545 Article 10 - EN 12620 et EN 13139

Catégorie

Code A

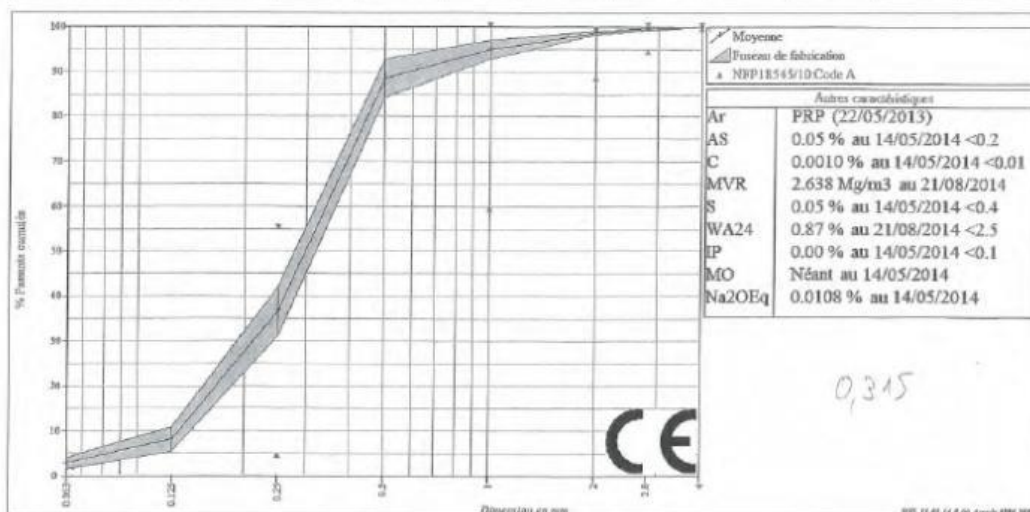
	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	1.40	20	f	FM
Elendue e			50		40	10			10	0.6
Incertitude U			4		3	2	1		1	0.15
V.S.S.+U			59		100	100			11.00	2.38
V.S.S.			55		100	99			10.00	2.23
V.S.I.			5		80	89	95	100	0.00	1.63
V.S.I.-U			1		57	87	94		0.00	1.48
Ecart-type max			15.15		12.12					0.18

Partie informative

Résultats de production

du 02/07/14 au 17/12/14

	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	1.40	20	f	FM
Maximum	4.63	12	44	94	98	99	100	100	4.63	1.96
Xf+1.25xEcart-types	4.11	11	42	93	97	99	100	100	4.12	1.83
Moyenne Xi	2.87	8	37	89	95	99	99	100	2.87	1.73
Xf-1.25xEcart-types	1.62	5	31	84	93	98	99	100	1.63	1.63
Minimum	0.41	3	28	80	91	98	99	100	0.41	1.63
Ecart-type	0.998	2.1	4.3	3.4	1.7	0.3	0.2	0.0	0.998	0.080
Nombre de résultats	18	18	18	18	18	18	18	18	18	18





ZA Parc A - 14, rue d'Epinoy
 TEMPLEMARS - CS 60120
 59637 WATTIGNIES Cedex
 Tél : +33 (0)3.20.58.28.24 - Fax : +33(0)3.20.58.20.21
 www.stb-materiaux.fr - negoce@stb-materiaux.fr

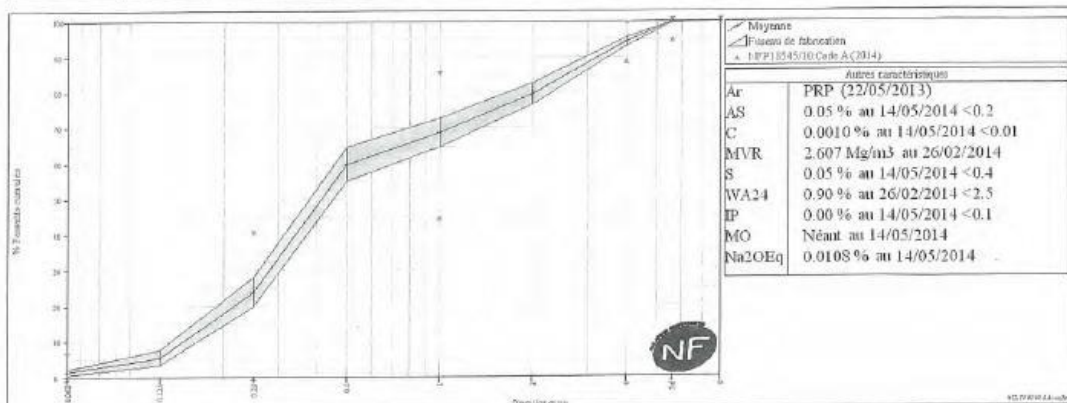
SAS au capital de 800.000 Euros
 R.C.S. Lille B 455 501 379 00081 - NAF 4673 A - T.V.A. FR 62 455 501 379

FICHE TECHNIQUE PRODUIT

SABLE SEMI CONCASSE 0/4

Partie contractuelle												
Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage												
Norme						Catégorie						
Norme NF P 18-545 Article 10 - EN 12620 et EN 13139						Code A (2014)						
Classe granulaire												
0 4												
	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	D	1.4D	2D	FM	MB	f
Etendue e	6		40		40		10			0.6		6
Incertitude U	1		4		3		2	1		0.15	0.5	1
V.S.S.+U	7.00		44		88		100			3.25	2.00	7.00
V.S.S.	6.00		40		85		99			3.10	1.50	6.00
V.S.I.			0		45		93	95	100	2.50		
V.S.I.-U			0		42		87	94		2.35		
Ecart-type max			12.12		12.12					0.18		

Partie informative												
Résultats de production												
du 05/02/14 au 27/06/14												
	0.063	0.125	0.25	0.5	1	2	4	5.6	8	FM	MB	f
Maximum	3.53	11	30	67	75	84	96	100	100	3.09	0.40	3.53
Xf+1.25xEcart-type	2.33	8	28	65	73	83	96	100	100	2.82	0.30	2.33
Moyenne Xf	1.50	5	24	60	69	80	94	100	100	2.68	0.26	1.50
Xf-1.25xEcart-type	0.67	3	20	55	65	77	93	100	100	2.54	0.22	0.67
Minimum	0.40	2	17	48	58	71	92	99	100	2.51	0.24	0.40
Ecart-type	0.661	1.7	3.4	3.8	3.3	2.5	1.1	0.1	0.0	0.110	0.030	0.661
Nombre de résultats	37	37	37	37	37	37	37	37	37	37	36	37




C.U.P. - Lessines

 Chemin de Mons à Gand
7860 Lessines

**Fiche
Technique Produit**
du 7/07/2014 au 6/03/2015

Page 1/1, imprimé le 6/03/2015

Granulats : 2/6 Reconcassé
Pétrographie : Porphyre
Elaboration : Concassé
Certification CE : CE 2+ N° 0620-CPD-55157/01

Partie normative

 Valeurs spécifiées sur lesquelles le producteur s'engage
Norme

Classe granulaire

2 6.3

Norme NF P 18-545 Article 8 - EN 13043

Code

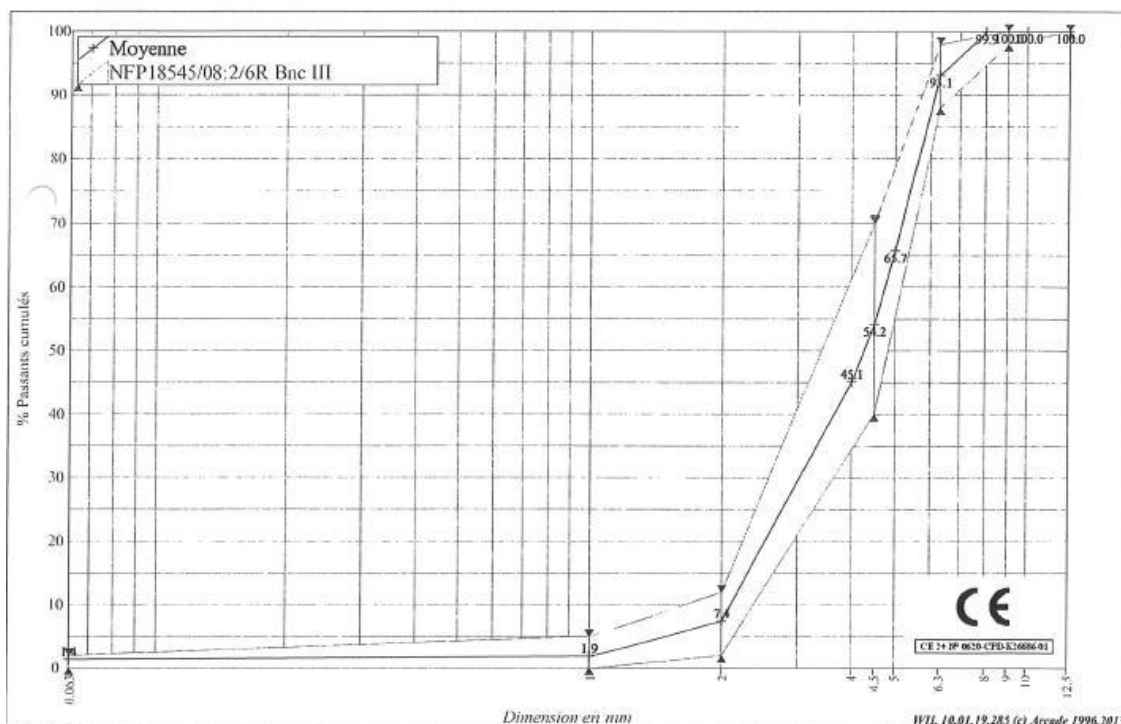
2/6R Bnc III

	0.063	d/2	d	4	4.5	5	6.3	8	9	10	12.5	FI	LA	LA+MDE	MDE	PSV	MVR	WA24
V.S.S.	2.0	5.0	12.0		70.0		98.0		100.0			20	15		15			1.00
V.S.I.			2.0		40.0		88.0		98.0		100.0					54		

Partie informative

Résultats de production

	du 07/07/14 au 03/03/15												du 22/03/13 au 17/02/15				du 22/03/13 au 02/10/14			
	0.063	1	2	4	4.5	5	6.3	8	9	10	12.5	FI	LA	LA+MDE	MDE	PSV+MDE+LA	PSV	MVR	WA24	
Maximum	1.9	2.5	11.9	66.4	69.1	80.9	96.3	100.0	100.0	100.0	100.0	14	11	17	7	41	57	2.72	0.79	
Moyenne XI	1.4	1.9	7.4	45.1	54.2	65.7	93.1	99.9	100.0	100.0	100.0	12	10	15	6	40	55	2.70	0.46	
Minimum	0.7	0.8	2.6	30.9	40.2	45.6	89.0	99.7	100.0	100.0	100.0	11	8	13	4	38	54	2.65	0.23	
Ecart-type	0.31	0.35	2.52	9.02	7.90	8.79	2.09	0.08	0.00	0.00	0.00	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.021	0.170	
Nombre de résultats	27	27	27	26	27	26	27	26	27	27	27	8	24	24	24	6	7	7	7	



FORMULE : AP1

IA: 90/100

MATERIAUX	pourcentage	quantité pour 1 tonne
BITUME CUVE NYBIT 40	18,0%	180
BITUME SLN 120 4/12		0
FILLER CARBOCIA 80 VRAC	42,0%	420
MILLISTIL C6		
OXYDE DE FER		
PORPHYRE 2/4		
PORPHYRE 2/6		0
PORPHYRE 4/6		
PORPHYRE 6/10		
PORPHYRE 10/14		
SABLE 0/2 ROULE LAVE	40%	400
SABLE 0/4 SEMI CONCASSE		0
SABLE 3/8 SILEX		
MARQUISE 6/10		
QUARTZ GB 4/6		
	100,00%	1000

INDENTATION TROUVEE :

NORME	
TYPE ESSAI	A
TEMPÉRATURE DE CONTRÔLE	25°C
SURFACE POINÇON	5 cm ²
CHARGE D'APPLICATION	52,5 kg

AP1 IA 70-100

[illegible]

DATE					
FOUR UTILISE					
TEMPERATURE					
INDENTATION					

FORMULE : AS1

IA: 7/20

[illegible]

INDENTATION TROUVEE :

NORME	
TYPE ESSAI	A
TEMPERATURE DE CONTRÔLE	25°C
SURFACE POINÇON	5 cm ²
CHARGE D'APPLICATION	52,5kg

AS1 IA 7-20

[illegible]

DATE					
FOUR UTILISE					
TEMPERATURE					
INDENTATION					

FORMULE : AG1

IB : 30/40

MATÉRIAUX	pourcentage	quantité pour 1 tonne
BITUME CUIVE NYBIT 40	8,0%	
BITUME SLN 120 4/12		0
FILLER CARBOCIA 80 VRAC	26,0%	280
MILLISIL C5		
OXYDE DE FER		
PORPHYRE 2/4		
PORPHYRE 2/6	32,0%	320
PORPHYRE 4/6		
PORPHYRE 6/10		
PORPHYRE 10/14		
SABLE 0/2 ROULE LAVÉ		
SABLE 0/4 SEMI CONCASSE	32,0%	320
SABLE 3/8 SILEX		
MARQUISE 6/10		
QUARTZ GB 4/6		
	100,00%	1000

INDENTATION TROUVEE :

NORME	
TYPE ESSAI	B
TEMPERATURE DE CONTRÔLE	40°C
SURFACE POUINCON	5 cm ²
CHARGE D'APPLICATION	52,5 kg

AG1 IB 20-50

[illegible]

DATE				
FOUR UTILISE				
TEMPERATURE				
INDENTATION				

Références

- [1] C. Alzieu, “Dragages et environnement marin,” *Rapp. IFREMER*, p. 223, 1999.
- [2] V. A. Berteau I, Martin S, “Le curage des cours d’eau et les éléments traces toxiques,” *Le Courr. l’environnement l’INRA*, vol. 20, pp. 27–35, 1993.
- [3] Vincent DUBOIS, “Mémoire de thèse intitulé Etude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins – Valorisation en technique routière Présenté par Vincent DUBOIS Pour l’obtention du grade de Docteur de l’Université d’Artois,” 2006.
- [4] “Le réseau navigable et portuaire en bassin de navigation Nord - Pas-de-Calais 2018.” [Online]. Available: http://www.nordpasdecalais.vnf.fr/IMG/pdf/pages_de_observ_transport_fluvial_2017_p5.pdf.
- [5] P. Scordia, “Caractérisation et valorisation de sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers To cite this version : HAL Id : tel-00339371 Délivrée par,” 2008.
- [6] M. Amar, M. Benzerzour, J. Kleib, and N. E. Abriak, “From dredged sediment to supplementary cementitious material: characterization, treatment, and reuse,” *Int. J. Sediment Res.*, vol. 36, no. 1, pp. 92–109, 2021, doi: 10.1016/j.ijsrc.2020.06.002.
- [7] S. Brakni, N. E. Abriak, and P. Grégoire, “Valorisation de boues de dragage maritime en granulats artificiels en vue de stabiliser l’érosion littorale,” *25ème rencontres l’AUGC, 23-25 mai 2007 à Bordeaux*, p. 8, 2007.
- [8] C. S. Burke, E. Salas, K. Smith-Jentsch, and M. A. Rosen, “Measuring macrocognition in teams: Some insights for navigating the complexities,” *Macrocognition Metrics Scenar. Des. Eval. Real-World Teams*, pp. 29–43, 2012, doi: 10.1201/9781315593173-4.
- [9] K. Mirković, N. Tošić, and G. Mladenović, “Effect of Different Types of Fly Ash on Properties of Asphalt Mixtures,” *Adv. Civ. Eng.*, vol. 2019, 2019, doi: 10.1155/2019/8107264.
- [10] V. Sharma, S. Chandra, and R. Choudhary, “Characterization of fly ash bituminous concrete mixes,” *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 22, no. 12, pp. 1209–1216, 2010, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000125.
- [11] R. Mistry and T. K. Roy, “Effect of using fly ash as alternative filler in hot mix asphalt,” *Perspect. Sci.*, vol. 8, pp. 307–309, 2016, doi: 10.1016/j.pisc.2016.04.061.
- [12] E. G. Bautista, J. Flickinger, R. Saha, I. Flores-Vivian, A. F. Faheem, and K. Sobolev, “Effect of Coal Combustion Products on high temperature performance of asphalt mastics,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 94, pp. 572–578, 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.07.022.

- [13] B. S. Yoo, D. W. Park, and H. V. Vo, "Evaluation of Asphalt Mixture Containing Coal Ash," *Transp. Res. Procedia*, vol. 14, no. 1997, pp. 797–803, 2016, doi: 10.1016/j.trpro.2016.05.027.
- [14] Ş. Sargin, M. Saltan, N. Morova, S. Serin, and S. Terzi, "Evaluation of rice husk ash as filler in hot mix asphalt concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 48, pp. 390–397, 2013, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2013.06.029.
- [15] U. Rongali, G. Singh, A. Chourasiya, and P. K. Jain, "Laboratory Investigation on Use of Fly Ash Plastic Waste Composite in Bituminous Concrete Mixtures," *Procedia - Soc. Behav. Sci.*, vol. 104, pp. 89–98, 2013, doi: 10.1016/j.sbspro.2013.11.101.
- [16] R. Romastarika *et al.*, "Effect of black rice husk ash on the physical and rheological properties of bitumen," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1875, no. August, 2017, doi: 10.1063/1.4998383.
- [17] R. Kushwaha, "Effect of Rise Husk Ash as Mineral Filler in Mastic Asphalt," *Int. J. Res. Appl. Sci. Eng. Technol.*, vol. 6, no. 3, pp. 3515–3522, 2018, doi: 10.22214/ijraset.2018.3736.
- [18] S. Wu, J. Zhu, J. Zhong, and D. Wang, "Experimental investigation on related properties of asphalt mastic containing recycled red brick powder," *Constr. Build. Mater.*, vol. 25, no. 6, pp. 2883–2887, 2011, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2010.12.040.
- [19] F. Wagaw, P. Emer, T. Quezon, and A. Geremew, "Evaluation of the Performance of Brick Dust as a Filler Material for Hot Asphalt Mix Design : A Case Study in Jimma Zone," *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 7, no. 3, pp. 64–72, 2018, doi: 10.9790/1813-0703026472.
- [20] M. A. Kadhim *et al.*, "Evaluating the Cracking Performance Indices of Half-Warm Mix Asphalt Comprising Waste Glass," *Int. J. Pavement Res. Technol.*, no. 0123456789, 2021, doi: 10.1007/s42947-021-00087-1.
- [21] A. Simone *et al.*, "Experimental application of waste glass powder filler in recycled dense-graded asphalt mixtures," *Road Mater. Pavement Des.*, vol. 20, no. 3, pp. 592–607, 2019, doi: 10.1080/14680629.2017.1407818.
- [22] M. Saltan, B. Öksüz, and V. E. Uz, "Use of glass waste as mineral filler in hot mix asphalt," *Sci. Eng. Compos. Mater.*, vol. 22, no. 3, pp. 271–277, 2015, doi: 10.1515/secm-2013-0135.
- [23] G. G. Al-Khateeb, T. S. Khedaywi, and M. F. Irfaeya, "Shear properties of waste glass-asphalt mastics," *Int. J. Pavement Res. Technol.*, vol. 12, no. 3, pp. 307–314, 2019, doi: 10.1007/s42947-019-0037-9.
- [24] M. Baby *et al.*, "Laboratory Study on Using Waste Glass as Filler in Bituminous Mixes," *Int. Res. J. Eng. Technol.*, vol. 4, no. 7, pp. 1333–1337, 2017.
- [25] J. Choudhary, B. Kumar, and A. Gupta, "Utilization of Waste Glass Powder and Glass

Composite Fillers in Asphalt Pavements,” *Adv. Civ. Eng.*, vol. 2021, pp. 1–17, 2021, doi: 10.1155/2021/3235223.

[26] FOUCAULTE.A & RAOULT.JF, *Dictionnaire de géologie éd. Masson*. 1980.

[27] Jacques BEAUCHAMP, “sediment et roches sédimentaires,” 2013.

[28] online available, “Sédiment de dragage.”

[29] G.SHNEIDER, “Boue de curage des cours d’eau .Le courrier de l’environnement de l’INRA,” vol. 43, pp. 146–147, 2001.

[30] X. Tang, M. Wu, X. Dai, and P. Chai, “Phosphorus storage dynamics and adsorption characteristics for sediment from a drinking water source reservoir and its relation with sediment compositions,” *Ecol. Eng.*, vol. 64, pp. 276–284, 2014, doi: 10.1016/j.ecoleng.2014.01.005.

[31] P. H. I. C. Aracterisation, D. E. S. Sediments, E. T. Qualite, M. Lydia, M. D. Fecteau, and R. Galvez-cloutier, “Équipe de travail Université Laval,” 2014.

[32] G.SHNEIDER, “Boue de curage des cours d’eau .Le courrier de l’environnement de l’INRA,” vol. 43, pp. 146–147, 2001.

[33] H. A. L. Id, “Etude spectroscopique en conditions hydrodynamiques contrôlées du transfert des espèces organiques à l’ interface minéral / solution Benoît Rusch To cite this version : HAL Id : tel-01748209 soutenance et mis à disposition de l’ ensemble de la Contact :,” 2018.

[34] M. AMAR, “Etude Experimentale Et Nuemerique De La Valorisaion Des Sediments De Dragage Dans Les Matrices Cimentaires,” 2017.

[35] T. N. Thanh, N. Edine, and A. Laboratoire, “Présentée par Valorisation de sédiments marins et fluviaux en technique routière,” 2009.

[36] Anne Gosselin, “Protocole d’évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l’aide des technologies minéralurgiques,” p. 134, 1999.

[37] D. Wang, R. Zentar, N. E. Abriak, and X. Weiya, “Determination Des Caracteristiques Physiques De Sediments Fins De Dragage,” *Journées Natl. Géotechnique Géologie l’Ingénieur JNGG2010*, pp. 345–352, 2010.

[38] online available, “water category in the soil.”

[39] A. Kasmi, “Prétraitement et traitement des sédiments fluviaux en vue d’ une valorisation en technique routière,” 2014.

[40] Kribi souhila, “Décomposition des matières organiques et stabilisation des métaux lourds dans les sédiments de dragage Introduction générale,” 2005.

[41] David COLIN, “valorisation de sédiments fins de dragage en technique routière,” Caen, 2003.

[42] Géraldine Sarret, “Biogéochimie structurale du zinc et du plomb par spectroscopie

EXAFS : interactions avec des acides humiques, des parois cellulaires de champignon et des lichens,” 1998.

- [43] F. J. Stevenson, *Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions, 2nd Edition*. 1994.
- [44] M.MAROT, *Le compost*, François D. 1987.
- [45] M. Benzerzour, M. Amar, and N. E. Abriak, “New experimental approach of the reuse of dredged sediments in a cement matrix by physical and heat treatment,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 140, pp. 432–444, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.02.142.
- [46] Pommier L, “Pistes de valorisations à terre des boues et sédiments de dragage portuaire en France et en Europe,” *Bretagne vivante.*, p. 48, 2011.
- [47] GEODE, “Dragages et immersions en mer et en estuaire. Revue des bonnes pratiques environnementales.,” p. 90, 2018.
- [48] C. Ospar, “Bilan de santé 2000,” 2000.
- [49] “Suivis environnementaux des opérations de dragage et d ’ immersion Guide méthodologique,” 2012.
- [50] M. L. Cazalet, M. Loustau, and C. Caractérisation, “Caractérisation physico-chimique d ’ un sédiment marin traité aux liants hydrauliques : Évaluation de la mobilité potentielle des polluants inorganiques To cite this version : HAL Id : tel-00749917 Thèse Caractérisation physico-chimique d ’ un sédiment ma,” 2012.
- [51] T. Thanh and H. Nguyen, “Stabilisation des sols trait ’ es ` a la chaux et leur comportement au gel Stabilisation des sols traités à la chaux et leur comportement au gel,” 2015.
- [52] A. Gouzy and J.-M. Brignon, “Les PolyChloroBiphenyles (PCB). Rapport INERIS,” 2011.
- [53] K. Abbes, L. Bizzozero, K. Jacqueline-boutros, and K. Jean, “Les polychlorobiphényles. Un problème nouveau pour une pollution ancienne,” *Ec. des Hautes Etudes en Santé Publique*, pp. 2009–2010, 2010.
- [54] J.-M. Brignon, “TBT,” pp. 1–18, 2005.
- [55] I. KHEZAMI, “Approche expérimentale de valorisation des sédiments de dragage dans des applications de Génie Civil,” p. 228, 2014.
- [56] R. Achour, “Valorisation et caractérisation de la durabilité d ’un matériau routier et d ’un béton à base de sédiments de dragage,” *Thèse Dr. Univ. Lille*, p. 199, 2013.
- [57] “Rédaction des études d ’ impact d ’ opérations de dragage et d ’ immersion en milieu estuarien et,” 2014.
- [58] C. Mouvet, “BRGM,Test du protocole d’écotoxicologie (critère H14) pour l’évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre.”
- [59] F. Hennebert, P et Rebischung, “Classification réglementaire des déchets – Guide

d'application pour la caractérisation en dangerosité.”

- [60] B. Rp--fr, “Protocole pour l ’ évaluation de l ’ écotoxicité de sédiments destinés à une gestion à terre Rapport final,” 2012.
- [61] C. Mangeant, “Dragages et gestion des sédiments.”
- [62] N. F. En *et al.*, “2- Valeurs limites pour le contenu total des paramètres organiques,” no. i, 2003.
- [63] UNICEM, “PARUTION DES CHIFFRES CLÉS 2018,” *UNICEM*, 2018.
- [64] H. Azrar, “Contribution à la valorisation des sédiments de dragage portuaire : technique routière , béton et granulats artificiels,” 2014.
- [65] E. Rozière, M. Samara, A. Loukili, and D. Damidot, “Valorisation of sediments in self-consolidating concrete: Mix-design and microstructure,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 81, pp. 1–10, 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.01.080.
- [66] A. ZRI, “Mise en place d’une nouvelle approche de formulation d ’ une matrice cimentaire à base de sable de dr agage : application aux bétons de sables et granulats,” p. 196, 2010.
- [67] “Ballastière d ’ Yville-sur-Seine : retour à la nature.”
- [68] “viasphalt-bt-et-tbt-rgra-juillet-aout-2013.pdf.” .
- [69] “NF EN 12970 Asphalte coulé pour étanchéitéDéfinitions, spécifications et méthodes d’essai.”
- [70] P. Rode and H. Veerman, “The Mastic Asphalt Industry – A Global Perspective Final version IMAA / HSE Working Group March 2013 The Mastic Asphalt Industry – A Global Perspective,” no. March, 2013.
- [71] “STRRES – 7 février 2017 Réparation de l’étanchéité des Ouvrages d’Art en asphalte coulé,” 2017.
- [72] “Toiture parking et ouvrages d’art.”
- [73] “RÉPARATIONS À L’ASPHALTE COULÉ.” [Online]. Available: <http://www.mobilmat.be/fr/reparations-a-l-asphalte-coule/>.
- [74] “piste cyclable à l’asphalte coulé.” [Online]. Available: https://pumptechnics.pmg.be/fr/dossier/MISbe1804A05_00.
- [75] “Norme européenne Bitume et liant bitumineux-Terminologie .pdf.” .
- [76] M. Bilski, “Natural asphalts – properties and use,” *Arch. Inst. Inżynierii Lądowej*, vol. 27, no. February, pp. 25–36, 2018, doi: 10.21008/j.1897-4007.2018.27.02.
- [77] E. J. Moore, “U . S . Geological Survey Professional Paper 1228-E Availability of Books and Maps of the U . S . Geological Survey,” 1992.
- [78] 1929- Yen, T. F. (Teh Fu), 1927- | Chilingar, George V., *Bitumens, asphalts, and tar*

sands. 1978.

- [79] E. Y. H. Chen, *A global perspective THE BITUMEN INDUSTRY*, vol. 10, no. 2. 2000.
- [80] R. N. Hunter and J. Read, *The Shell bitumen handbook*. 2003.
- [81] J. G. Speight, "Petroleum asphaltenes - Part 2: The effect of asphaltenes and resin constituents on recovery and refining processes," *Oil Gas Sci. Technol.*, vol. 59, no. 5, pp. 479–488, 2004, doi: 10.2516/ogst:2004033.
- [82] L. Groupement, "Numéro spécial 1," *Bitume.info*, pp. 1–35, 2005.
- [83] J. Eyssautier *et al.*, "Caractérisation et Modélisation des Asphaltènes en Conditions Réactionnelles d ' Hydrotraitement To cite this version : Thèse," 2012.
- [84] W. Pauchet, "Les revêtements à base de bitume et d ' asphalte TBA1907 – Les revêtements à base de bitume et d ' asphalte," vol. 33, no. 0, 2018.
- [85] "Norme 1427 Bitumes et liants bitumineux - Détermination du point de ramollissement - Méthode Bille et Anneau."
- [86] "NF EN 12593 Bitumes et liants bitumineux - Détermination du point de fragilité Fraass."
- [87] M. S. Mamlouk and J. P. Zaniewski, *Materials for Civil and Construction Engineers*. 2011.
- [88] "NF EN 13302 Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la viscosité dynamique des liants bitumineux à l'aide d'un viscosimètre tournant."
- [89] "NF EN 12970 Déc 2000 Asphalte coulé étanchéité - Définitions, spécifications et méthodes d'essai - Version allemande EN 12970:2000." .
- [90] P. Administratives and E. T. T. Communes, "CAHIER DES CHARGES DE L ' OFFICE DES ASPHALTES FASCICULE 10 PRESCRIPTIONS ADMINISTRATIVES ET TECHNIQUES COMMUNES," 2012.
- [91] "la fabrication L'asphalte coulé." [Online]. Available: <https://www.asphaltes.org/fabrication/>.
- [92] "la fabrication L'asphalte coulé." .
- [93] ENVISAN NV, "Travaux ENVIRONNEMENTAUX," 2013.
- [94] S. Chimie, T. Glachet, and M. X. Franck, "THÈSE Pour obtenir le diplôme de doctorat synthèse de NH-sulfoximines et de 3H-diazirines Présentée et soutenue par," no. Umr 6614, 2019.
- [95] "UTILISATION DU GÉOTUBE DANS LA DÉSHYDRATATION DE BOUE, FRANCE."
- [96] "fonctionnement des Geo-tube." [Online]. Available: https://www.geoace.com/fr/products/Sacs%2C-tubes-et-conteneurs-en-géotextile/ACETube®-_-pour-système-d%27assèchement.

- [97] M. Miraoui, "Mise en œuvre d ' une démarche de prétraitement et de traitement des sédiments de dragage en vue d ' une valorisation dans le génie civil," *Thèse Dr. Univ. des Sci. Technol. Lille 1*, p. 255, 2010.
- [98] W. Water, "Presse à Vis HUBER Q-PRESS ® Performances :"
- [99] "fonctionnement de la désydratation centrifuge."
- [100] M. Ahmad, "Valorisation des boues de dragage - Application : Port autonome de Dunkerque," pp. 1–104, 2002.
- [101] F. Agostini, F. Agostini, and E. Centrale, "Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins To cite this version : HAL Id : tel-00119833 Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins," 2006.
- [102] Ahmed ZERAOU, "Approche opérationnelle pour une gestion durable des sédiments de dragage dans des filières de génie civil."
- [103] S. G. (SG) Doriane Delanghe (DD), "NF P94-048 détermination de la teneur en carbonate," 2018.
- [104] "NF P94-048 Détermination de la teneur en carbonate.pdf." .
- [105] J. Goupy and L. Creighton, "Introduction aux plans d ' expériences 3."
- [106] A. el M. Safhi, "Valorisation des sédiments de dragage dans des bétons autoplaçants : optimisation de la formulation et étude de la durabilité," p. 170, 2020.
- [107] Ti, "Plans d ' expériences," *Tech. l'Ingénieur*, vol. 33, no. Version 16, pp. 1–26, 2016.
- [108] "Scheffe Mix Models." [Online]. Available: <https://www.statease.com/docs/v11/contents/mixture-designs/scheffe-mix-models/>.
- [109] H. Taherkhani and S. Vahabi Kamsari, "Evaluating the properties of zinc production wastes as filler and their effects on asphalt mastic," *Constr. Build. Mater.*, vol. 265, p. 120748, 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2020.120748.
- [110] "NF EN ISO18757 Determination of specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method." .
- [111] V. Antunes, A. C. Freire, L. Quaresma, and R. Micaelo, "Effect of the chemical composition of fillers in the filler-bitumen interaction," *Construction and Building Materials*, vol. 104, pp. 85–91, 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.12.042.
- [112] V. Antunes, A. C. Freire, L. Quaresma, and R. Micaelo, "Influence of the geometrical and physical properties of filler in the filler-bitumen interaction," *Constr. Build. Mater.*, vol. 76, pp. 322–329, 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2014.12.008.
- [113] H. U. Bahia, "Test Methods and Specification Criteria for Mineral Filler Used in HMA Research Team – NCHRP Project 9-45 • Results are based on NCHRP Project :," 2011.

- [114] P. S. Kandhal, C. Y. Lynn, and F. Parker, “Characterization tests for mineral fillers related to performance of asphalt paving mixtures,” *Transp. Res. Rec.*, no. 1638, pp. 101–110, 1998, doi: 10.3141/1638-12.
- [115] A. F. Faheem, H. U. Bahia, S. H. Yang, and I. Al-Qadi, “Evaluation of Rigden fractional voids test method and the relation to mastic viscosity,” *Asph. Paving Technol. Assoc. Asph. Paving Technol. Tech. Sess.*, vol. 79, pp. 1–25, 2010.
- [116] “The Use of Standards for Hot Mixtures (Se’ tra, 2008).”
- [117] “EN 13043 Granulats pour mélanges hydrocarbonés et pour enduits superficiels.” .
- [118] “NF EN 12697-35 Malaxages bitumineux.pdf.” .
- [119] “Entreprise Nord asphalte.” [Online]. Available: <http://www.nordasphalte.fr/>.
- [120] F. HAMOUCHE, “Influences des matières organiques sur les propriétés physiques et le comportement mécanique des sédiments de dragage en vue d’une valorisation dans les travaux publics,” 2018.
- [121] T. Ch, “Rapport technique / domaine des travaux spéciaux Contenu : Asphalte coulé (étanchéité de pont),” pp. 1–8, 2017.
- [122] F. Doucet and B. Auger, *Détermination du module complexe des enrobés au Ministère des Transports du Québec*. 2009.
- [123] M. N. Modélisation, “Modélisation numérique discrète des matériaux bitumeux To cite this version : HAL Id : tel-01591067 Spécialité : Génie Civil Minh-Duc NGUYEN,” 2017.
- [124] J. Di Benedetto, H. & Corté, “Matériaux routiers bitumineux 2: constitution et propriétés thermomécaniques des mélanges bitumineux.” *Hermès Lavoisier*, 2005.
- [125] Q. T. Nguyen, M. L. Nguyen, H. Di Benedetto, C. Sauzéat, E. Chailleux, and T. T. N. Hoang, “Nonlinearity of bituminous materials for small amplitude cyclic loadings,” *Road Mater. Pavement Des.*, vol. 20, no. 7, pp. 1571–1585, 2019, doi: 10.1080/14680629.2018.1465452.
- [126] H. Di Benedetto, M. N. Partl, L. Francken, C. D. La Roche, and S. André, “Stiffness testing for bituminous mixtures. RILEM technical committes 182-PEB performance testing and evaluation of bituminouss materials,” *Mater. Struct.*, vol. 34, no. March, pp. 66–70, 2001.
- [127] F. Doucet and B. Auger, *Détermination du module complexe des enrobés au Ministère des Transports du Québec*. 2009.
- [128] A. Subhy, “Advanced analytical techniques in fatigue and rutting related characterisations of modified bitumen: Literature review,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 156, pp. 28–45, 2017, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2017.08.147.
- [129] G. Tan, W. Wang, Y. Cheng, Y. Wang, and Z. Zhu, “Establishment of complex modulus master curves based on generalized sigmoidal model for freeze-thaw resistance evaluation of

- basalt fiber-modified asphalt mixtures,” *Polymers (Basel)*, vol. 12, no. 8, 2020, doi: 10.3390/POLYM12081698.
- [130] J. Zhang, C. Sun, P. Li, M. Liang, H. Jiang, and Z. Yao, “Experimental study on rheological properties and moisture susceptibility of asphalt mastic containing red mud waste as a filler substitute,” *Construction and Building Materials*, vol. 211, pp. 159–166, 2019, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.03.252.
- [131] S. Coutant, A. Bruel, F. Gervais, J.-M. Lagel, J.-L. Ménard, and J. M. Philippe, “L’asphalte pour les aires d’exercice des bovins.” p. 38, 2018.
- [132] C. Gorkem and B. Sengoz, “Predicting stripping and moisture induced damage of asphalt concrete prepared with polymer modified bitumen and hydrated lime,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 23, no. 6, pp. 2227–2236, 2009, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2008.12.001.
- [133] F. Xiao and S. N. Amirkhanian, “Laboratory investigation of moisture damage in rubberised asphalt mixtures containing reclaimed asphalt pavement,” *Int. J. Pavement Eng.*, vol. 10, no. 5, pp. 319–328, 2009, doi: 10.1080/10298430802169432.
- [134] L. Struble, W. Buttlar, and A. Apeagyei, “Investigation of Alkali-Silica Reaction in asphalt mixtures exposed to potassium acetate deicing solution,” *Adv. Test. Charact. Bitum. Mater.*, pp. 463–476, 2009, doi: 10.1201/9780203092989.ch45.

RESUME

La croissance démographique augmente de plus en plus et le besoin des matériaux granulaires augmente. Afin de répondre aux besoins de ces matériaux, la France doit garantir plus de 400 million de tonnes de granulats pour le secteur bâtiment et travaux publics dont un pourcentage de 96% est d'origine naturelle. En effet ces dernières années l'accès à l'extraction de ces ressources naturelles sont limités pour des raisons multiples, parmi elles la destruction de l'aspect environnemental. Cependant il est inéluctablement nécessaire de trouver d'autres pistes pour y avoir de matériaux alternatives dites-éco-matériaux par la valorisation des sédiments de dragage. Par ailleurs la valorisation de ces sédiments a un double intérêt lorsque la France compte plus de 50 Millions de mètres cubes de sédiment dragués annuellement pour maintenir l'opération de navigation maritime et fluviales, et d'autre part à l'exploitation de ces matériaux en tant que granulats. Dans le contexte, de cette thèse a pour objectifs d'utiliser ces sédiments en tant que filler dans des formulations de matrice hydrocarbonée dite « asphalte coulé ». Nous présentons dans le présent rapport, une étude bibliographique dans laquelle nous analysons la problématique des sédiments de dragage. Ensuite une étude de caractérisation a été menée afin d'identifier les paramètres importants, notamment les traitements et leurs impacts sur les formulations de la matrice hydrocarbonée. Les asphaltes coulés ont été investigués à trois échelles : de la résistance à la déformation par indentation, au comportement thermomécanique et par la suite une étude de la durabilité de l'asphalte coulé.

Mots clés : Sédiment de dragage - Caractérisation – Traitement - Asphalte coulé d'étanchéité - Indentation – Thermomécanique - Durabilité

ABSTRACT

Demographic growth is increasing more and more, and the need for granular materials is increasing. In order to meet the needs of these materials, France must guarantee more than 400 million tons of aggregates for the building and public works sectors, of which a percentage of 96% is of natural origin. Indeed, in recent years, access to the extraction of these natural resources has been limited for multiple reasons, among them the destruction of the environmental aspect. However, it is inevitably necessary to find other ways to have alternative materials called eco-materials through the recovery of dredged sediments. Moreover, the recovery of these sediments has a double interest when France has more than 50 million cubic meters of dredged sediment annually to maintain the operation of maritime and river navigation and, secondly, to the exploitation of these materials as aggregates. In this context, this thesis aims to use these sediments as filler in formulations of hydrocarbon matrix called "mastic asphalt." In this report, we present a bibliographical study in which we analyze the problem of dredging sediments. Then a characterization study was conducted to identify the important parameters, including treatments and their impact on the formulations of the hydrocarbon matrix. Mastic asphalt was investigated at three scales: from resistance to deformation by indentation, to thermo mechanical behavior, and then a study of the durability of mastic asphalt.

Keywords: Dredged sediment - Characterization - Treatment - Mastic asphalt sealing - Indentation-Thermo-mechanical - Durability