

N°D'ORDRE : 41921

Ecole des Mines de Douai



Université de Lille 1



THESE

Présentée en vue
d'obtenir le grade de

DOCTEUR

En

Spécialité : Génie Civil

Par

Thang LE

DOCTORAT DELIVRÉ CONJOINTEMENT
PAR L'ÉCOLE DES MINES DE DOUAI ET L'UNIVERSITE LILLE 1

**Influence de l'humidité des granulats de béton recyclé sur
le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers**

Soutenue le 14/12/2015 devant le jury d'examen :

Rapporteur	M. Jean-Louis GALLIAS	Professeur, Université de Cergy-Pontoise
Rapporteur	M. Yannick DESCANTES	HdR, IFSTTAR
Examineur	M. Luc COURARD	Professeur, Université de Liège
Directeurs de thèse	M. Sébastien REMOND	Professeur, École des Mines de Douai
	M. Eric GARCIA-DIAZ	Professeur, École des Mines d'Alès
Encadrant	M. Gwenn LE SAOUT	Ingénieur de recherche, École des Mines d'Alès

Laboratoire d'accueil : Département Génie Civil et Environnemental de l'École des Mines de Douai
Et Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA) de l'Écoles des Mines d'Alès

Ecole Doctorale SPI 072 (Lille I)

Remerciements

Ce manuscrit présente les résultats obtenus dans le cadre d'un travail de thèse réalisé en collaboration entre le Département Génie Civil et Environnemental (GCE) de l'École des Mines de Douai et le Centre des Matériaux (C2MA) de l'École des Mines d'Alès.

Tout d'abord, je tiens à remercier le Professeur Sébastien Rémond et le Professeur Eric Garcia-Diaz d'avoir accepté de diriger ces travaux. Leurs immenses compétences scientifiques, leurs conseils « en or » et leurs corrections ont beaucoup apporté à mon travail. J'ai énormément apprécié leurs nombreuses qualités humaines parmi lesquelles notamment leur enthousiasme et leur très grande gentillesse.

Un grand merci également à mon encadrant, le Professeur Gwenn Le Saout. Je lui adresse toute ma reconnaissance pour ses réflexions scientifiques et ses nombreux conseils qui ont contribué au bon avancement de ce travail. J'ai particulièrement apprécié sa disponibilité, son soutien.

Je remercie sincèrement le Professeur Jean-Louis Gallias et Monsieur Yannick Descantes qui ont accepté la lourde tâche d'être rapporteurs de ce travail. Je remercie également le Professeur Luc Courard de m'avoir fait le plaisir et l'honneur de présider ma soutenance.

Un très grand merci à l'ensemble des personnes du C2MA et GCE et notamment à Jean-Marie Taulemesse, Christian Buisson, Alain Diaz, Ghislain Louis, Guillaume Potier, Damien Betrancourt, Vincent Thierry.

Mes grands « amis » au C2MA, Christian Buisson et Alain Diaz, vous m'avez beaucoup aidé pour les essais et encouragé sans conditions. Jean-Marie Taulemesse, je te remercie de m'avoir fait confiance, merci de m'avoir formé à la microscopie électronique à balayage. Et j'ai passé des moments inoubliables avec vous.

J'adresse une pensée amicale à mes collègues doctorants du C2MA et GCE, bravo à ceux qui ont déjà soutenu et mes sincères encouragements pour les autres.

Un merci très spécial à tous mes amis : Liem, Thao, Luong, Huyen, Hang, Mai, Dung, Son, Tan, Binh, Vinh, Doreamon, Giang Xoan, Danh, Van, Tuan, Khang, Thibault, Audrey, Sang, Cong, Nam Khang, Linh, Quyen,... pour leur soutien moral.

Impossible de finir ces remerciements sans évoquer ma famille, mes parents et mon petit frère, auprès de laquelle j'ai toujours eu la chance de trouver soutien, encouragements, réconfort et conseils.

Enfin, un dernier mot, à une personne qui a partagé avec moi les moments inoubliables et que je n'imaginai pas cette dernière ligne droite sans sa présence à mes côtés, ma copine Linhtuti.

A ma famille

A mes proches et à tous mes amis

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	5
I-1. INTRODUCTION	7
I-2. RECYCLAGE DE DECHETS DE CONSTRUCTION ET DE DEMOLITION	7
I-2.1. <i>Le recyclage en Europe et dans le monde.....</i>	<i>7</i>
I-2.2. <i>Utilisation des granulats de béton recyclé (GBR)</i>	<i>8</i>
I-3. CARACTERISATION DES GBR.....	9
I-3.1. <i>Influence des propriétés du béton d'origine sur les propriétés des GBR</i>	<i>10</i>
I-3.2. <i>Teneur en mortier et en pâte de ciment adhérente des GBR</i>	<i>13</i>
I-3.3. <i>Absorption d'eau des GBR</i>	<i>15</i>
I-4. PROPRIETES DES BETONS ET MORTIERS CONTENANT DES GBR	25
I-4.1. <i>Propriétés à l'état frais</i>	<i>25</i>
I-4.2. <i>Propriétés mécaniques et microstructure des bétons et mortiers contenant des GBR</i>	<i>29</i>
I-4.3. <i>Microstructure de la zone d'interface (ITZ)</i>	<i>32</i>
I-5. CONCLUSIONS ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE	39
CHAPITRE II CARACTERISATION DES MATERIAUX.....	43
II-1. INTRODUCTION	45
II-2. METHODES EXPERIMENTALES.....	45
II-2.1. <i>Analyse par diffraction des rayons X (DRX)</i>	<i>45</i>
II-2.2. <i>Granulométrie laser.....</i>	<i>45</i>
II-2.3. <i>Microscopie électronique à balayage (MEB).....</i>	<i>45</i>
II-3. MATERIAUX.....	50
II-3.1. <i>Ciment.....</i>	<i>50</i>
II-3.2. <i>Sables.....</i>	<i>51</i>
II-3.3. <i>Détermination de la teneur en pâte de ciment adhérente.....</i>	<i>58</i>
II-3.4. <i>Mesure d'absorption d'eau du sable recyclé.....</i>	<i>64</i>

II-4.	CONCLUSIONS.....	74
CHAPITRE III COMPORTEMENT A L'ETAT FRAIS.....		77
III-1.	INTRODUCTION	79
III-2.	MATERIAUX ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX.....	79
III-2.1.	<i>Procédure de fabrication des mortiers.....</i>	<i>79</i>
III-2.2.	<i>Procédure de mesure de la maniabilité</i>	<i>80</i>
III-3.	RESULTATS ET DISCUSSIONS	81
III-3.1.	<i>Comparaison de la maniabilité de mortier contenant du sable naturel (SN) et du sable recyclé (SR_2)</i>	<i>82</i>
III-3.2.	<i>Influence de la granulométrie des granulats sur la maniabilité des mortiers</i>	<i>86</i>
III-3.3.	<i>Influence de l'état saturation des granulats sur la maniabilité des mortiers.</i>	<i>89</i>
III-4.	CONCLUSIONS.....	97
CHAPITRE IV COMPORTEMENT A L'ETAT DURCI.....		99
IV-1.	INTRODUCTION	101
IV-2.	MATERIAUX.....	101
IV-3.	EFFET PLAFOND	102
IV-3.1.	<i>Composition des mortiers</i>	<i>102</i>
IV-3.2.	<i>Résultats et discussions.....</i>	<i>105</i>
IV-4.	ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE DES MORTIERS A BASE DU SABLE RECYCLE.....	108
IV-4.1.	<i>Composition des mortiers</i>	<i>109</i>
IV-4.2.	<i>Résistances en compression des mortiers.....</i>	<i>110</i>
IV-4.3.	<i>Analyse microstructurale de l'ITZ.....</i>	<i>111</i>
IV-4.4.	<i>Analyse de la microstructure par indentation sous MEB.....</i>	<i>122</i>
IV-5.	CONCLUSIONS.....	128
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....		130
REFERENCES		135
ANNEXE1 : CIMENT CEM II/A-L 42,5 N CE CP2 NF.....		147
ANNEXE2 : SUPER-PLASTIFIANT MC-POWERFLOW 3140.....		151

ANNEXE 3 : ESSAIS PRELIMINAIRES D'ETUDE DE L'INFLUENCE DE L'ETAT DE SATURATION INITIAL SUR LA MANIABILITE DES MORTIERS.....	153
ANNEXE 4 : VERIFICATION DE L'INFLUENCE DE L'ETAT DE SATURATION INITIAL SUR LA MANIABILITE DU MORTIER CONTENANT DU SR_1	155
ANNEXE 5 : ABSORPTION D'EAU DU SR_1	157
ANNEXE 6 : DETERMINATION D'HISTOGRAMME DE L'ITZ	159
ANNEXE 7 : SEGMENTATION DES PHASES PAR SEUILLAGE	161
ANNEXE 8 : ESSAI D'INDENTATION SOUS MEB	167

Liste des figures

Figure 1 : Exemple de GBR.....	9
Figure 2 : Schéma de la procédure de concassage dans l'étude de Nagataki et al. [11].....	11
Figure 3 : Relation entre teneur en mortier adhérent et absorption d'eau des GBR [14]	11
Figure 4 : Teneur en pâte de ciment en fonction de la taille des particules [17]	12
Figure 5 : Corrélation entre l'absorption d'eau et la teneur en pâte de ciment des GBR [17].	12
Figure 6 : Corrélation entre la teneur en pâte de ciment et la densité des GBR [17].....	13
Figure 7 : Régime de mouillage d'un milieu granulaire [30], [31].....	16
Figure 8 : Évolution d'absorption d'eau des granulats [35].....	18
Figure 9 : Évolution d'absorption d'eau des granulats [36].....	19
Figure 10 : Séchage l'échantillon par le papier absorbant [39].....	21
Figure 11 : Appareil et courbe de gradient thermique en fonction du temps de séchage [41]	22
Figure 12 : Courbes de séchage d'un matériau poreux- évolution de la teneur en eau et de la vitesse de séchage [43].....	23
Figure 13 : Affaissement initial relatif entre les formulations contenant des GBR et référence (B : béton, M : mortier, G : gravillon de GBR, S : sable de GBR)	27
Figure 14 : Résistance relative entre la résistance du béton contenant des gravillons de GBR et du béton référence à 28 jours (NR : non-renseigné l'état de saturation des granulats)	30
Figure 15 : Résistance relative des bétons et des mortiers contenant du sable recyclé	32
Figure 16 : Variation de la porosité détectable de l'ITZ en fonction de la distance au granulat pour des mortiers de granulats légers ($E_{eff}/C=0.55$) à 7 jours [72]	34
Figure 17 : Porosité de l'ITZ de mortiers à base de sable de calcaire beige CB ($WA_{24h} = 9.2\%$) et de calcaire rose CR ($WA_{24h} = 0.9\%$) à 7 jours et 28 jours [71]	35
Figure 18 : Relation entre la porosité de l'ITZ et la résistance en compression des mortiers des différents types de granulats [71].....	35
Figure 19 : Illustration des différentes ITZ dans les bétons ou les mortiers contenant des GBR	36
Figure 20 : procédure de malaxage traditionnel(NMA^2) et nouvelle technique ($TSMA^3$) selon [77].....	37
Figure 21 : Comparaison des nouvelles ITZ en utilisant différentes méthodes de fabrication du béton [77]	37
Figure 22 : Comparaison des nouvelles ITZ en utilisant des différents type de GBR [78]	38

Figure 23 : Démarche de l'étude	42
Figure 24 : Microscopie électronique à balayage au C2MA (École des mines d'Alès) (a) et au département GCE (École des Mines de Douai) (b).....	45
Figure 25 : Schéma de prélèvement d'échantillon pour l'analyse de la microstructure et l'essai d'indentation	46
Figure 26 : Echantillon après polissage, mise en liaison conductrice et métallisation	49
Figure 27 : Courbe granulométrique (passant partiel) du ciment CEM II/A-L	50
Figure 28 : Courbes granulométriques des sables.....	52
Figure 29 : Procédure de reconstitution du sable recyclé	52
Figure 30 : Sable naturel (SN) et sables recyclés (SR_1 et SR_2)	53
Figure 31 : Diffractogramme du sable naturel, 2θ (degrés) $\text{CuK}\alpha$	53
Figure 32 : Diffractogramme du sable recyclé (complet), 2θ (degrés) $\text{CuK}\alpha$	54
Figure 33 : Diffractogramme du sable recyclé (partie sombre), 2θ (degrés) $\text{CuK}\alpha$	54
Figure 34 : Comparaison de la morphologie du sable naturel et recyclé (à gauche : sable naturel ; à droite : sable recyclé) (grossissements x50 à x6000).....	56
Figure 35 : Image MEB d'un grain de sable recyclé (mode BSE)	57
Figure 36 : Images MEB en mode BSE du sable recyclé.....	57
Figure 37 : Proportion des phases d'anhydre et d'hydraté des ciments CEM I, II et III.....	59
Figure 38 : Système de filtration utilisée au C2MA	60
Figure 39 : Diffractogramme du SR avant et après les traitements NAM et SAM.....	60
Figure 40 : Fraction soluble dans l'acide salicylique des fractions granulaires du sable recyclé.....	61
Figure 41 : FSAS en fonction de la dimension moyenne des fractions granulaires selon Zhao [3].....	62
Figure 42 : ATG avec analyse des gaz de la fraction 0/0.63mm du sable recyclé SR_1 [3]..	63
Figure 43 : Perte de masse de 105°C à 475°C des fractions granulaires	64
Figure 44 : Forme du cône de sable correspondant à l'état SSS_{EN} dans la méthode normalisée EN 1097-6.....	66
Figure 45 : Trace d'humidité sur le papier absorbant pour déterminer l'état $\text{SSS}_{\text{IFSTTAR}}$ dans la méthode IFSTTAR N°78.....	66
Figure 46 : Dessiccateur précis utilisé au C2MA – Alès.....	67
Figure 47 : Exemple d'exploitation des données.....	68
Figure 48 : Absorption d'eau des fractions granulaires du sable recyclé.....	71
Figure 49 : Corrélation de perte de masse et d'absorption d'eau des fractions granulaires ..	71
Figure 50 : Procédure de pré-saturation des sables	80
Figure 51 : Cône MBE pour mesurer la maniabilité du mortier (affaissement ou étalement) .	81
Figure 52 : Comparaison de la maniabilité des mortiers de sable naturel et recyclé	83

Figure 53 : Image MEB des sables (à gauche : sable naturel SN ; à droite : sable recyclé SR_1).....	84
Figure 54 : Exemple de mesure d'affaissement du mortier de SR_2	84
Figure 55 : Résultats de mesure de la maniabilité	87
Figure 56 : Maniabilité à T ₀₊₅ min du mortier et masse résiduelle du bidon en fonction du temps de pré-saturation du sable	90
Figure 57 : Étalement à T ₀₊₅ et masse résiduelle du bidon de pré-saturation.....	92
Figure 58 : Illustration de la relation entre quantité d'eau absorbée par les granulats et l'étalement du mortier	93
Figure : 59 Bidons de pré-saturation après avoir versé le sable dans le malaxeur.....	94
Figure 60 : Proportions des fractions granulaires avant et après pré-saturation en bidon avec W=11% pendant 2 semaines.....	95
Figure 61 : Illustration des paramètres p, q et ses effets sur Rc	105
Figure 62 : Corrélation entre la résistance en compression mesurée du mortier et calculée de la matrice de ciment	106
Figure 63 : Résistance en compression des mortiers à base du sable recyclé SR_1 à l'état sec et sursaturé à 28jours en fonction du rapport E_{eff}/C	108
Figure 64 : Résistance en compression des mortiers à 2 et 28 jours (MN-Sec : mortier à base de sable naturel à l'état sec, MN-Sur : mortier à base de sable naturel à l'état sursaturé). .	111
Figure 65 : Fraction interconnectée des ITZ dans des mortiers en fonction de la proportion du volume de sable [99]	112
Figure 66 : Image MEB à 1500x en mode rétrodiffusé (BSE) du MR-Sec à 2 jours	113
Figure 67 : Image de base, calque avec la ligne frontière et zone analysée (MR-Sec à 2 jours).....	114
Figure 68 : Histogramme des mortiers : A-faible recouvrement des pics associés aux différentes composantes ; B-recouvrement important du signal associé au produit d'hydratation (HP) avec celui de la portlandite (CH) [103]	114
Figure 69 : Estimation des seuils par la méthode de Wong et al. [103].....	115
Figure 70 : Image de la zone analysée et différentes phases après la segmentation	115
Figure 71 : Comparaison des zones spécifiques entre l'image de la zone analysée et image binaire des pores et anhydres.	116
Figure 72 : Images BSE du MN-Sec (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours)	118
Figure 73 : Images BSE du MN-Sur (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours).....	118
Figure 74 : Images BSE du MR-Sec (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours)	118
Figure 75 : Images BSE du MR-Sur (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours).....	119

Figure 76 : Distribution de la porosité de l'ITZ à 2 jours (a) et 28 jours (b) d'hydratation (les barres d'erreur correspondent à \pm l'intervalle de confiance $1.96 \times \sigma n$, où σ représente l'écart type et n le nombre d'images analysées [108]).....	120
Figure 77 : Distribution des produits hydratés dans l'ITZ à 2 jours et 28 jours d'hydratation des mortiers (les barres d'erreur correspondent à \pm l'intervalle de confiance $1.96 \times \sigma n$, où σ représente l'écart type et n le nombre d'images analysées [108])	121
Figure 78 : Distribution de l'anhydre dans l'ITZ à 2 jours d'hydratation (les barres d'erreur correspondent à \pm l'intervalle de confiance $1.96 \times \sigma n$, où σ représente l'écart type et n le nombre d'images analysées [108]).....	122
Figure 79 : Dispositif d'indentation.....	123
Figure 80 : Installation du dispositif dans la chambre de MEB au département GCE – Ecole des Mines de Douai.....	123
Figure 81 : Tête de mesure du dispositif.....	124
Figure 82 : Une zone favorable choisie en présence d'un grain du sable recyclé (ligne pointillé).....	125
Figure 83 : Essai d'indentation sur la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment.....	126
Figure 84 : Enfoncement de l'indenteur dans les phases étudiées	127
Figure 85 : Fiche technique du ciment CEM II/A-L 42.5N	147
Figure 86 : Diffractogrammes du ciment Portland CEM II/A-L 42,5N	148
Figure 87 : Fiche technique du super-plastifiant MC-Powerflow 3140.....	152
Figure 88 : Résultats de mesure d'affaissement des mortiers de SR_2.....	154
Figure 89 : Affaissement des mortiers de SR_2 à T_0+5 min.....	154
Figure 90 : Granulométrie du sable recyclé SR_1 à 2 prélèvements différents.....	155
Figure 91 : Étalement à T_{0+5} et masse résiduelle du bidon de pré-saturation (Projet PDR).156	
Figure 92 Profil d'un indenteur Berkovich [111]	167
Figure 93 : Images de l'indenteur et de l'empreinte observée sous le MEB	167
Figure 94 : Schéma représentatif d'une courbe de charge-décharge en fonction du déplacement [113].....	168
Figure 95 : Schéma explicatif du processus de charge-décharge lors d'un essai de nano-indentation [111].....	169
Figure 96 : Différentes profondeurs de pénétration de l'essai d'indentation	169
Figure 97 : Illustration l'aire de contact réelle et l'aire de projetée d'un cône tronconique équivalent.....	171
Figure 98 : Arrondissement du sommet de l'indenteur.....	172
Figure 99 : Interface du programme de traitement des données de mesure	172

Liste des tableaux

Tableau 1 : Propriétés des gravillons recyclés [11].....	10
Tableau 2 :Bilan des phases solubles et insolubles dans la solution d'acide salicylique [20]– [23].....	14
Tableau 3 : Les études sur la teneur en mortier et en pâte de ciment dans la littérature [3]..	15
Tableau 4 : Comparaison de la procédure des méthodes normalisée de mesure d'absorption d'eau du sable.....	20
Tableau 5 : Absorption d'eau des granulats naturels et recyclé	24
Tableau 6 : Affaissement initial des formulations contenant des GBR	26
Tableau 7 : Propriétés mécaniques des bétons et des mortiers contenant du sable recyclé.	31
Tableau 8 : Composition minéralogique et chimique du ciment Portland CEM II/A-L 42,5N .	51
Tableau 9 : Résultats de dissolution du SR_1 dans les solutions NAM et SAM.....	58
Tableau 10 : Résultats de mesure d'absorption d'eau par la méthode normalisée EN 1097-6	65
Tableau 11 : Résultats de mesure d'absorption d'eau par la méthode IFSTTAR N°78	66
Tableau 12 : Résultats de mesure d'absorption d'eau par évaporométrie.....	68
Tableau 13 : Extrapolation de l'absorption d'eau des fractions fines en utilisant un mode de pré-saturation sous eau.....	72
Tableau 14 : Bilan des résultats de mesure d'absorption d'eau par différentes méthodes	73
Tableau 15 : Séquence de malaxage des mortiers (selon la norme EN 196-1).....	80
Tableau 16 : Composition des mortiers	82
Tableau 17 : Composition du mortier pour évaluer la maniabilité au L2MGC [93].....	87
Tableau 18 : Composition des mortiers pour évaluer l'influence de la granulométrie sur la maniabilité	87
Tableau 19 : Comparaison de la compacité du squelette granulaire des deux sables recyclés (SR_1 et SR_2).....	88
Tableau 20 : Composition du mortier en variant le temps de pré-saturation	89
Tableau 21 : Composition des mortiers contenant du sable recyclé SR_1 en variant la teneur en eau de pré-saturation	89
Tableau 22 : Absorption d'eau du SR_1 obtenue par la méthode par extrapolation en utilisant le mode de pré-saturation en bidon	95
Tableau 23 : Propriétés physiques des sables	102
Tableau 24 : Composition des mortiers de sable recyclé SR_1 pour évaluer l'effet plafond	104

Tableau 25 : Résultats expérimentaux d'évaluation de l'effet plafond.....	105
Tableau 26 : Paramètres p et q de notre sable et de granulats naturels et recyclés de la littérature[6], [94]	107
Tableau 27 : composition des mortiers contenant du sable SN et SR_2 à l'état sec et sursaturé	109
Tableau 28 : Bilan des résultats obtenus par l'essai d'indentation	127
Tableau 29 : Résultats de dissolution du ciment CEM II/A-L dans les solutions NAM et SAM	149
Tableau 30 : Composition des mortiers	153
Tableau 31 : Absorption d'eau du SR_1 obtenu par la méthode d'extrapolation en utilisant le mode de pré-saturation en bidon avec W=16% pendant 1 semaine	157
Tableau 32 : Paramètres géométriques du contact pour l'indenteur Berkovich modifiée	167
Tableau 33 : Différentes expressions pour calculer la dureté selon la profondeur de pénétration [112]	170

Liste des abréviations et symboles

Symbol	Définition
C&D	Construction et démolition
E_{eff}/C	Rapport massique eau pour l'hydratation sur ciment
E_0	Module d'Young
EMP	Épaisseur Maximale de la Pâte de ciment
FSAS	Proportion massique des phases soluble dans la solution d'acide salicylique/méthanol
GBR	Granulat de béton recyclé
GN	Granulat naturel
H_M	Dureté Martens
ITZ	Zone d'interface
MBE	Mortier de Béton Équivalent
MN-Sec	Mortier contenant du sable naturel à l'état sec
MEB	Microscope Electronique à Balayage
$ML_{105-475}$	Perte de masse entre 105°C et 475°C
MN-Sur	Mortier contenant du sable naturel à l'état sursaturé
MR	Mortier contenant du sable recyclé
NAM	Solution d'acide nitrique/méthanol
PDC	Pâte de ciment
SAM	Solution d'acide salicylique/méthanol
SN	Sable naturel
SSS	État saturé surface sèche
SR	Sable recyclé

Introduction Liste des abréviations et symboles

WA	Coefficient d'absorption d'eau
W	Teneur en eau de pré-saturation

Introduction générale

Dans les prochaines années, une croissance importante de la quantité des déchets de construction et de démolition (C&D) est attendue, en raison du nombre important d'ouvrages arrivant en fin de vie. Chaque année en Europe, environ 850 million tonnes de déchets de C&D sont générés ce qui représente 31% de la totalité des déchets [1]. De plus, les ressources naturelles sont de plus en plus protégées et la mise en décharge des déchets de C&D devient très coûteuse. Les granulats recyclés sont pour le moment essentiellement réutilisés en technique routière ou en remblais ne requérant pas de performances mécaniques élevées. En revanche, ils sont très peu utilisés dans les bétons hydrauliques. Le développement de ce type de recyclage est bloqué par plusieurs freins économique, technique et psychologique. Pour augmenter le taux de recyclage dans l'Union Européenne (UE), la directive 2008/98/EC fixe un objectif de recyclage d'au moins 70% des déchets de C&D d'ici 2020 [2].

Les granulats de béton recyclé (GBR) sont composés d'un mélange intime de granulats naturels et de pâte de ciment durcie adhérente. La présence de cette dernière confère à ces matériaux une porosité et un coefficient d'absorption d'eau nettement plus élevés que ceux des granulats naturels courants. Selon l'état de saturation des GBR, des mouvements d'eau peuvent se produire au sein du béton, de la pâte vers les granulats ou inversement. Ces mouvements peuvent affecter de manière importante les propriétés du béton frais ainsi que celles du béton durci. Le rôle de l'état de saturation initial est sans doute déterminant dans la cinétique et l'intensité de ces échanges d'eau.

L'amélioration des techniques de caractérisation des GBR et une meilleure compréhension des propriétés des bétons fabriqués avec ces derniers permettraient de promouvoir l'utilisation des GBR. Le projet national RECYBETON a démarré en janvier 2012 afin de promouvoir le recyclage complet des granulats de béton recyclé. En relation avec ce projet national, le projet ANR ECOREB vise à étudier la formulation, le comportement mécanique et la durabilité des bétons contenant des granulats recyclés. Cette thèse constitue une partie de la tâche 1 "*Eau et matériaux recyclés*" du projet ANR ECOREB.

Les études sur les gravillons de GBR sont nombreuses dans la littérature et montrent généralement que ces matériaux pourraient être utilisés efficacement dans la fabrication des bétons. Les travaux sur les sables recyclés sont plus rares et suggèrent que ces dernières sont plus difficiles à recycler dans les bétons. La teneur en pâte de ciment plus importante et la grande finesse du sable recyclé lui confèrent en effet généralement une demande en eau élevée qui peut être pénalisante pour la fabrication du béton. C'est pourquoi notre étude se focalise sur la valorisation du sable recyclé. En plus, l'état de saturation initial des granulats joue un rôle important sur les propriétés à l'état frais et durci du béton ou du mortier. L'objectif principal est d'étudier le lien entre l'état de saturation initial du sable recyclé et le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers. On s'intéresse notamment à l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur la maniabilité, sur la microstructure de la zone d'interface et sur les propriétés mécaniques des mortiers.

Le manuscrit est divisé en 4 chapitres:

Le chapitre I présente une revue de la littérature sur les GBR. La première partie concerne le recyclage de déchets de construction et de démolition, notamment des GBR. Une étude de l'influence des différents paramètres (formulation du béton d'origine, procédure de concassage, taille des particules,...) sur les propriétés des GBR est également abordée. Ensuite, l'influence des GBR sur les propriétés des bétons ou des mortiers contenant des GBR est étudiée. A la fin de ce chapitre, le résumé des travaux précédents et la démarche de cette étude sont présentées.

Le chapitre II est dédié à la caractérisation des matériaux utilisés au cours de la thèse. La granulométrie, la composition minéralogique et la morphologie des deux sables étudiés (sable naturel et sable recyclé), sont présentées. Différentes méthodes d'estimation de la teneur en pâte de ciment adhérente sont utilisées afin de la mesurer. L'absorption d'eau du sable recyclé est également déterminée en utilisant différentes méthodes : méthodes normalisée (EN 1097-6) et non-normalisée (IFSTTAR N°78, évaporométrie et par extrapolation). L'objectif est de comparer ces méthodes entre elles et de trouver une valeur d'absorption d'eau du sable recyclé pertinente pour la suite des travaux.

Le chapitre III est dédié à l'étude de l'influence de l'état de saturation initial du sable recyclé sur la maniabilité des mortiers. La première partie de ce chapitre compare la

maniabilité de mortiers contenant du sable naturel et recyclé dans deux états de saturation initiaux (sec et sursaturé). La deuxième partie du chapitre est consacrée à l'étude de l'influence de la granulométrie du sable recyclé sur la maniabilité des mortiers. La dernière partie du chapitre vise à étudier le lien entre l'absorption d'eau et la maniabilité, notamment l'influence de l'état de saturation initial du sable recyclé, du mode de pré-saturation et du temps de pré-saturation sur la maniabilité des mortiers.

La chapitre IV présente les travaux réalisés sur le comportement à l'état durci des mortiers contenant du sable recyclé. Une étude de l'effet plafond du sable recyclé sur les propriétés mécaniques des mortiers est tout d'abord effectuée. La deuxième partie de ce chapitre consiste à étudier l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur la résistance en compression des mortiers. La troisième partie vise à étudier l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur la microstructure de la zone d'interface entre l'ancienne et la nouvelle pâte de ciment. Cette étude est réalisée en utilisant la technique d'analyse d'images appliquée à des observations réalisées en microscopie électronique à balayage. Les propriétés mécaniques des différentes phases du mortier contenant du sable recyclé (la nouvelle pâte de ciment, l'ancienne pâte de ciment et le granulat naturel) sont ensuite caractérisées par l'essai d'indentation sous MEB.

Enfin, les principales conclusions des résultats obtenus et quelques perspectives pour des travaux futurs sont présentées.

Chapitre I Étude bibliographique

Le premier chapitre de ce manuscrit est dédié à une étude bibliographique générale permettant d'introduire les différents aspects abordés durant ce travail de thèse. Après une introduction générale sur les granulats de béton recyclé (GBR), nous présentons les différents paramètres recensés dans la littérature (composition du béton d'origine, procédure de concassage, taille des particules, ...) qui influencent les propriétés du GBR et celles des bétons et des mortiers à base de GBR.

Sommaire

I-1.	INTRODUCTION	7
I-2.	RECYCLAGE DE DECHETS DE CONSTRUCTION ET DE DEMOLITION	7
I-2.1.	<i>Le recyclage en Europe et dans le monde</i>	7
I-2.1.1	En Europe	7
I-2.1.2	Dans le monde.....	8
I-2.2.	<i>Utilisation des granulats de béton recyclé (GBR)</i>	8
I-3.	CARACTERISATION DES GBR.....	9
I-3.1.	<i>Influence des propriétés du béton d'origine sur les propriétés des GBR</i>	10
I-3.2.	<i>Teneur en mortier et en pâte de ciment adhérente des GBR</i>	13
I-3.3.	<i>Absorption d'eau des GBR</i>	15
I-3.3.1	État « saturé surface sèche -SSS».....	16
I-3.3.2	Absorption d'eau des gravillons recyclés	17
I-3.3.3	Absorption d'eau du sable recyclé	19
I-4.	PROPRIETES DES BETONS ET MORTIERS CONTENANT DES GBR	25
I-4.1.	<i>Propriétés à l'état frais</i>	25
I-4.2.	<i>Propriétés mécaniques et microstructure des bétons et mortiers contenant des GBR</i>	29
I-4.2.1	Cas des gravillons de GBR.....	29
I-4.2.2	Cas des fines des GBR.....	30
I-4.3.	<i>Microstructure de la zone d'interface (ITZ)</i>	32
I-4.3.1	Généralités sur l'ITZ.....	32
I-4.3.2	Cas des granulats légers	33
I-4.3.3	Cas des granulats naturels poreux	34
I-4.3.4	ITZ dans le cas de formulations contenant des GBR	35
I-5.	CONCLUSIONS ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE	39

I-1. Introduction

Le matériau béton est le plus utilisé sur Terre après l'eau. Un béton est constitué principalement d'un mélange de granulats (gravillon et sable), d'un liant hydraulique et de l'eau. Une consommation importante de béton amène à une exploitation importante des ressources naturelles en granulats. Ces dernières sont toutefois de plus en plus protégées. En plus, le développement de la construction et la croissance de la population amènent à une production de plus en plus importante de déchets de construction et de démolition. Une des solutions envisageable est de remplacer ces granulats naturels par des granulats recyclés, ce qui permet d'une part, de diminuer l'exploitation des ressources naturelles, d'autre part, de protéger l'environnement en diminuant les volumes de déchets à entreposer en centre de stockage.

Une meilleure compréhension sur ce type de matériau est nécessaire enfin de promouvoir leur utilisation dans le secteur de construction. Dans ce chapitre, les études précédentes concernant des granulats de béton recyclé (GBR) sont présentées. Il s'agit du recyclage des déchets de construction et de démolition, de la caractérisation des propriétés physiques, mécaniques,...des GBR et de l'influence des GBR sur les propriétés des mortiers et bétons à base de GBR.

I-2. Recyclage de déchets de construction et de démolition

I-2.1. Le recyclage en Europe et dans le monde

I-2.1.1 En Europe

Chaque année en Europe, environ 850 million tonnes de déchets de C&D sont produits ce qui représente 31% de la totalité des déchets [1]. La production moyenne en Europe de déchets de C&D par habitant est environs 1.7 tonne par an (en 2008) [3] avec des disparités. Le pourcentage de recyclage est très élevé pour les pays de l'UE (plus de 60%), notamment en Europe du nord. En particulier, les pays comme le Danemark, les Pays-Bas, l'Allemagne,... recyclent environ 90% de leurs déchets de C&D. La France en recycle environ 60% [1].

Pour augmenter le taux de recyclage dans l'UE, la directive 2008/98/EC a fixé l'objectif de recycler au moins 70% des déchets de construction et de démolition d'ici 2020 [2].

En 2013, selon le rapport annuel de l'UNPG¹[4], la France a produit environ 365 millions tonnes de granulats dont 20 millions tonnes de granulats issues du recyclage des déchets de C&D. Il existe donc un potentiel d'utilisation de granulats recyclés très important.

I-2.1.2 Dans le monde

Au Japon, le recyclage est très développé avec le taux de recyclage environ 96%. Selon un rapport en 2000 du ministre de l'Environnement japonais, chaque année, il y a environ 35Mt de déchets C&D et il n'y a que 1.3 Mt qui mise en décharge dans l'environnement [5].

Aux États-Unis en 2002, on recensait seulement 20 à 30% de recyclage sur la totalité des 250 à 300 millions tonnes de déchet de C&D produits. Au Brésil, on observe une augmentation croissante de la demande en granulats qui met en péril les ressources naturelles [6].

En Chine, la quantité de déchets de C&D produits en 2010 était de 239 millions de tonnes [7]. Le recyclage y est moins développé qu'en Europe. La majorité des déchets de C&D est ainsi décharge dans l'environnement [8]. Avec le développement très rapide du pays, environ 820 millions tonnes de ciment et 8 billions de tonnes de granulats sont consommés. La nécessité du recyclage des déchets de C&D a été reconnue par le gouvernement chinois [3].

I-2.2. Utilisation des granulats de béton recyclé (GBR)

Les granulats recyclés sont utilisés notamment dans la construction des routes, sous forme de graves non traitées, dans les couches de fondation avec un traitement au ciment (en France) et dans les couches de béton maigre sous la couche de roulement (en Allemagne). Ils sont également utiliser pour la construction de mur de soutènement qui ne demande pas une résistance très élevée [5]. Certains pays se sont dotés de textes réglementaires afin d'autoriser l'utilisation des granulats recyclés dans le béton. Au Pays-Bas, l'utilisation de granulats recyclés est autorisée avec une quantité maximale de 20% de la masse totale des granulats. Une quantité de granulats recyclés allant jusqu'à 30% de la masse totale des granulats dans le béton est autorisée au Japon [6].

¹ Union nationale des producteurs de granulats

I-3 Caractérisation des GBR

Même si les granulats recyclés ne sont pas aussi performants que les granulats naturels, leurs propriétés restent suffisamment correctes pour leurs emplois dans certaines applications. De plus leur emploi permet de diminuer le coût de dépôt de déchets [3] et le coût de fabrication du béton. Aux Etat unis et au Liban, l'utilisation de 20% de granulats recyclés réduit de 16% le prix de 1m^3 du béton car le prix du granulat recyclé est moitié moins cher que celui du granulat naturel [9].

Cependant, le recyclage des déchets de C&D rencontre différents obstacles qui empêchent son développement. On peut citer la méfiance d'utilisation des GBR par la communauté de génie civil à cause de la difficulté de leur caractérisation, de la méconnaissance de l'influence des GBR sur les propriétés des bétons à l'état frais et durci,... De plus, l'obstacle psychologique doit être également pris en compte. Les matériaux recyclés sont encore considérés comme des produits de moindre qualité avec un faible retour d'expérience ce qui freine les donneurs d'ordre. Les professionnels sont donc confrontés à une double question : faut-il accepter de produire du béton avec ces matériaux "d'occasion" et les habitants voudront-ils vivre dans des bâtiments en béton recyclé ? [10].

I-3. Caractérisation des GBR

Les granulats recyclés proviennent des activités de construction et de démolition. Leur composition varie selon la nature des ouvrages démolis (bâtiment industriel, bâtiment résidentiel ou ouvrage d'art,...) et leur date de construction.

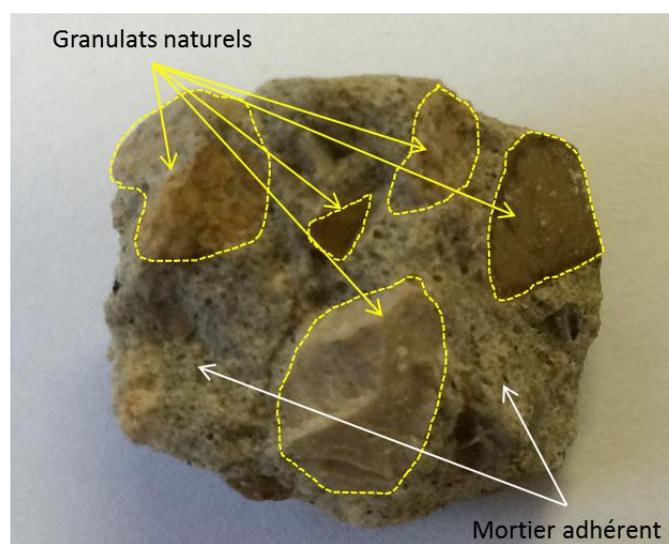


Figure 1 : Exemple de GBR

La composition des GBR est différente de celle des granulats naturels. Une fois le tri effectué (séparation du plâtre par exemple), les GBR sont majoritairement constitués de (Figure 1):

- granulats naturels partiellement concassés
- pâte de ciment hydraté concassée, adhérente aux granulats naturels (PCA).

I-3.1. Influence des propriétés du béton d'origine sur les propriétés des GBR

Selon Nagataki et al. [11], le béton original et la méthode de concassage influencent significativement les propriétés des GBR. On peut constater dans le Tableau 1 que les propriétés des GBR dépendent de celles des bétons parents et du niveau de concassage dans le processus de fabrication. Un béton parent de faible résistance ($E_{eff}/C=0.63$) produit des granulats de faible densité et avec une absorption en eau élevée. En revanche, un béton parent de haute performance ($E_{eff}/C=0.35$) produit des granulats recyclés de densité plus importante dont l'absorption en eau est plus faible. Les conditions de cure du béton influencent également les propriétés du béton d'origine. Une cure dans l'eau est notamment favorable à l'hydratation et permet un remplissage plus complet de la porosité initiale par les produits d'hydratation par rapport à une conservation dans l'air. Les conditions de cure influencent donc la porosité capillaire du béton, par conséquent elles ont également une influence sur l'absorption d'eau des GBR [12].

Tableau 1 : Propriétés des gravillons recyclés [11]

Rapport E_{eff}/C du béton d'origine	Niveau de concassage dans le processus *	Taille des particules (mm)	Teneur en mortier adhérent ** (%)	Masse volumique SSS (g/cm^3)	Absorption d'eau (%)
0.35	1	5/20mm	52.3	2.42	4.88
	3		30.2	2.51	3.14
0.45	1		55.0	2.41	5.58
	3		32.4	2.50	3.19
0.63	1		52.3	2.37	6.27
	3		32.3	2.48	3.76

* : niveau dans le processus de concassage (cf. Figure 2)

** : déterminé par la méthode de dissolution dans la solution d'acide chlorhydrique

La teneur en pâte de ciment adhérente diffère selon la formulation du béton initial [13]–[16]. Ces auteurs ont montré que la densité des GBR est plus faible et leur capacité

d'absorption d'eau plus élevée que celle des granulats naturels. De plus, leurs propriétés mécaniques sont également moins élevées que celles des granulats naturels [14].

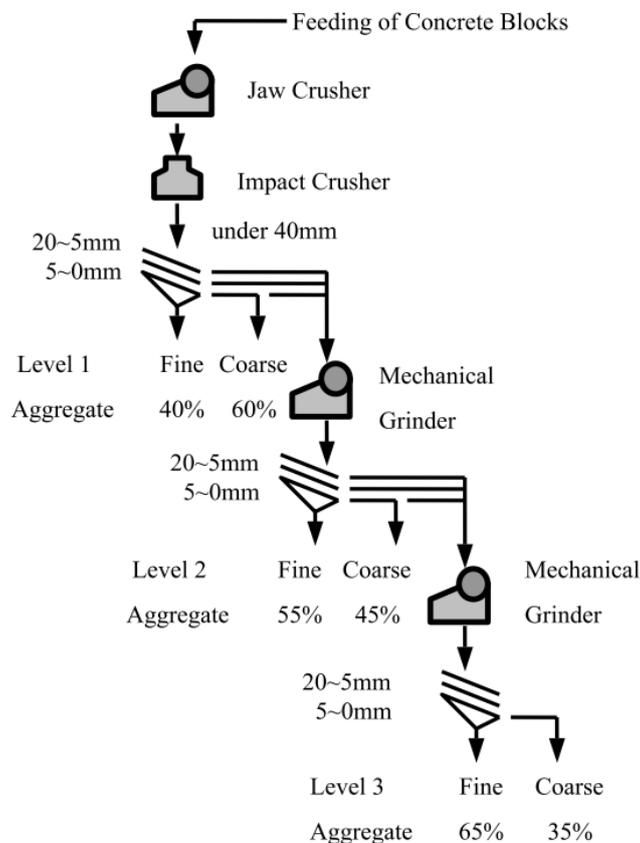


Figure 2 : Schéma de la procédure de concassage dans l'étude de Nagataki et al. [11]

La Figure 3 montre la relation entre la teneur en mortier adhérent aux GBR et leur coefficient d'absorption d'eau. On constate que l'absorption d'eau dépend linéairement de la teneur en mortier adhérent.

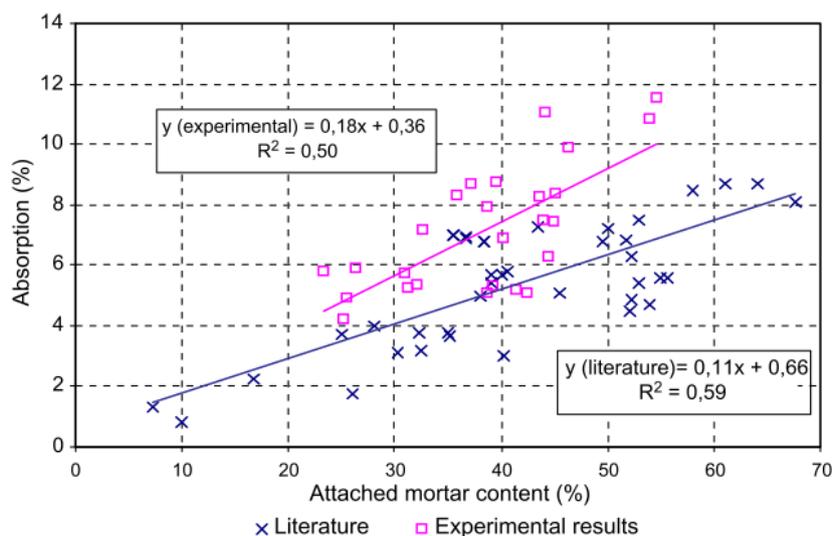
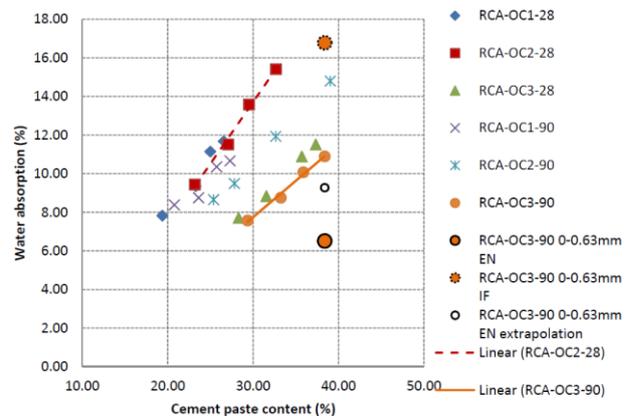
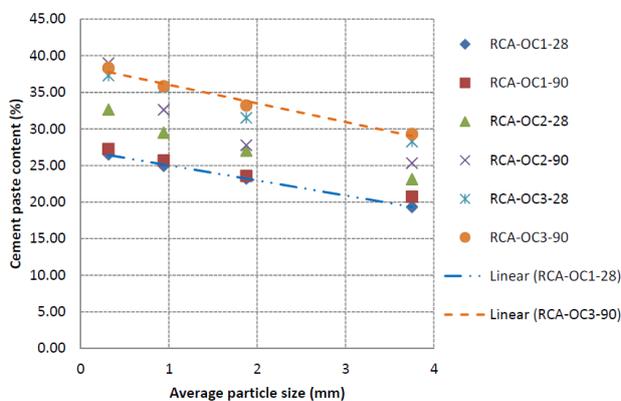


Figure 3 : Relation entre teneur en mortier adhérent et absorption d'eau des GBR [14]

L'absorption d'eau des GBR dépend également: i) du granulat d'origine ; ii) de la résistance à la compression, du rapport E_{eff}/C et du volume de pâte du béton d'origine; iii) de la dimension des granulats utilisés dans le béton d'origine [13]. Par exemple, si le rapport E/C du béton original est plus important, la porosité dans la pâte de ciment est importante ce qui va augmenter la porosité des GBR. De même si le volume de la pâte de ciment dans le béton est plus important, la teneur en pâte de ciment des GBR sera plus élevée, ce qui va augmenter la capacité d'absorption d'eau des GBR. Plus la teneur en pâte de ciment est importante, plus l'absorption d'eau et la porosité augmentent et plus la densité diminue [17].

Zhao et al. [17] ont utilisé 3 formulations différentes (OC1, OC2 et OC3) qui permettent d'étudier l'influence du rapport E_{eff}/C (E_{eff} : quantité d'eau disponible pour l'hydratation du ciment) et du volume de la pâte de ciment sur la densité, l'absorption d'eau et la porosité des GBR. Les bétons OC1 et OC2 ont formulés avec le même rapport E_{eff}/C , la différence entre les deux est la quantité de ciment utilisée. Les bétons OC2 et OC3 sont formulés pour obtenir deux bétons de même volume de la pâte de ciment mais de rapport E_{eff}/C est différent. Les bétons sont broyés après 28 jours et 90 jours pour fabriquer les GBR.



OC1, 2, 3 : béton original 1, 2, 3

OC1 et OC2 : même rapport $E_{eff}/C=0.6$

OC2 et OC3 : même volume de la pâte de ciment ($350dm^3$)

RCA-OC1-28 ou 90 : GBR du béton OC1 à 28 jours ou 90 jours d'hydratation

Figure 4 : Teneur en pâte de ciment en fonction de la taille des particules [17]

Figure 5 : Corrélation entre l'absorption d'eau et la teneur en pâte de ciment des GBR [17]

Selon les Figure 4 et Figure 5 [17], on observe que, à partir du même béton d'origine, la teneur en pâte de ciment diminue lorsque la taille des particules sable augmente et

l'absorption d'eau des GBR augmente linéairement quand la teneur en pâte de ciment augmente.

Dans la Figure 6, on peut constater que la densité des GBR diminue lorsque la teneur en pâte de ciment adhérente augmente et une relation linéaire entre la densité des GBR et la teneur en pâte de ciment a été observée.

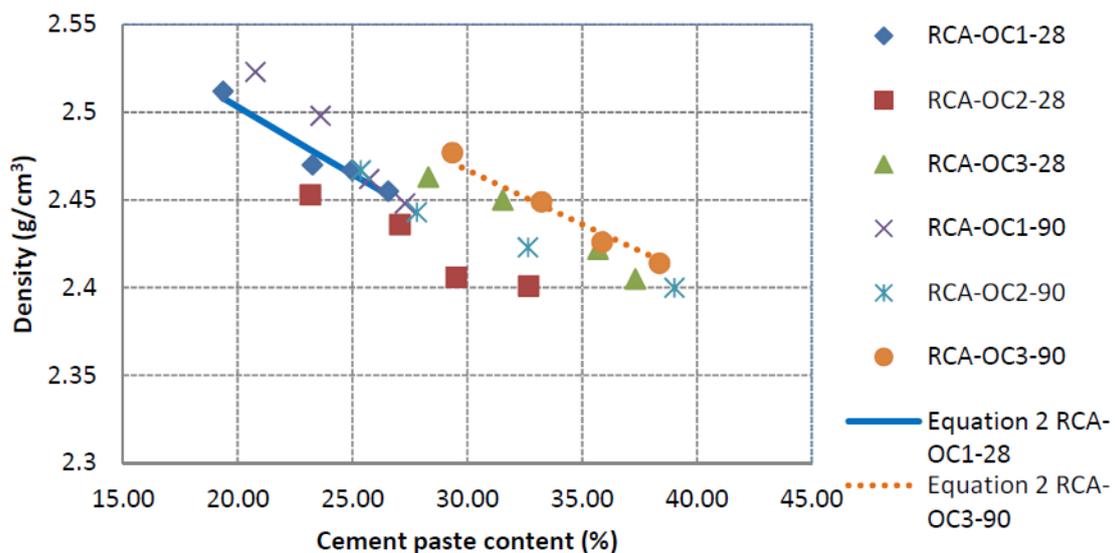


Figure 6 : Corrélation entre la teneur en pâte de ciment et la densité des GBR [17]

I-3.2. Teneur en mortier et en pâte de ciment adhérente des GBR

La pâte de ciment adhérente influence significativement les propriétés des GBR. Dans la littérature, plusieurs méthodes sont proposées pour évaluer la teneur en mortier ou en pâte de ciment adhérente. On peut citer trois grandes familles de méthodes : traitement thermique, traitement chimique et analyse d'images.

- Traitement thermique :

Sanchez de Juan et *al.* [18] ont développé une méthode inspirée de la procédure utilisée pour tester la résistance au gel-dégel des bétons. Le principe de cette procédure est de détacher progressivement le mortier de la surface des gravillons par un refroidissement brusque. La dilatation inégale entre les gravillons et le mortier conduit à des microfissurations entre les gravillons et le mortier. Cette méthode permet uniquement la détermination de la teneur en mortier adhérent dans les gravillons recyclés.

- Traitement chimique :

Le principe de cette technique est de dissoudre la pâte de ciment adhérente par différents traitements chimiques (solution d'acide nitrique [19], solution d'acide chlorhydrique [11], solution d'acide salicylique [3], [19], [20]). La teneur en pâte de ciment adhérente est calculée à partir de la masse résiduelle de la phase solide dissoute dans la solution. Cependant, un traitement avec l'acide nitrique ou chlorhydrique ne peut pas être appliqué dans le cas de GBR contenant des granulats naturels calcaires car ces solutions attaquent à la fois la pâte de ciment et les granulats naturels [14].

Tableau 2 : Bilan des phases solubles et insolubles dans la solution d'acide salicylique [20]–[23]

Méthode	Phase soluble	Phase insoluble
Acide salicylique	C ₂ S, C ₃ S	C ₃ A, C ₄ AF, Gypse
	CaO, Ca(OH) ₂	Quartz, Dolomite
	C-S-H	Calcaire
	Etringite	C ₃ AH ₆ , monosulfoaluminate de calcium hydraté (AFm)

Une combinaison entre les traitements thermique et chimique a été proposée par [24] en immergeant les granulats dans la solution de sulfate de sodium et utilisant des cycles de gel-dégel (16h à -17°C et 8h à 80°C). La dilatation inégale entre le sulfate de sodium piégé dans les pores des granulats et la pâte de ciment après les cycles de gel-dégel va détruire la microstructure de la pâte de ciment adhérente afin de faciliter de détacher la pâte de ciment adhérente. Cette technique est adaptée à la détermination de la teneur en mortier adhérent.

- Analyse d'images :

Cette technique a été proposée par Abbas et al. [25] en se basant sur la différence de couleur entre le granulats naturels et la pâte de ciment. Une analyse d'images est réalisée sur une section polie d'un mélange de granulats recyclés incorporés dans une matrice de ciment blanc. La teneur en mortier adhérent est déduite du rapport entre la surface occupée par le mortier adhérent et la surface totale du granulats. Cette méthode est appropriée pour les gros granulats, car il est facile de faire la distinction entre le granulats naturels et l'ancienne pâte. Cependant, elle n'est pas applicable aux granulats fins où l'on différencie difficilement le granulats fins de l'ancienne pâte.

Le Tableau 3 [3] résume les résultats des différentes études sur la teneur en mortier adhérent ou en pâte de ciment adhérente. Ces résultats montrent que la teneur en mortier adhérent diminue avec la taille des particules. En accord avec ces résultats, Zhao et al. [17] ont montré que la teneur en pâte de ciment adhérente, déterminée par dissolution dans l'acide salicylique, augmente quasi linéairement quand la taille des particules diminue (voir Figure 4).

Tableau 3 : Les études sur la teneur en mortier et en pâte de ciment dans la littérature [3]

Auteurs	Méthode d'essai	Fractions granulaire (mm)	Teneur en mortier ou pâte de ciment adhérente (%)
Yagishita et al. [26]	Méthode chimique (dissolution dans l'acide chlorhydrique)	Gravillons 5/10 et 10/20 (pour 3 classes de béton : haute, moyenne, faible qualité selon le niveau dans la procédure de concassage)	Faible qualité <ul style="list-style-type: none"> • 10/20 mm : 40.2% • 5/10 mm : 35.2%
			Qualité moyenne <ul style="list-style-type: none"> • 10/20 mm : 26% • 5/10 mm : 16.7%
			Haute qualité <ul style="list-style-type: none"> • 10/20 mm : 9.9% • 5/10 mm : 7.3%
Etxeberria et al. [27]	Non détaillé	Gravillons 4/10, 10/25	<ul style="list-style-type: none"> • 40% pour la fraction 4/10 ; • 20% pour la fraction 10/25
De Juan et al. [14]	Méthode thermique	Gravillons 4/8, 8/16	<ul style="list-style-type: none"> • 33-55% pour la fraction 4/8 ; • 23-44% pour la fraction 8/16
Nagataki et al. [11]	Méthode chimique (solution d'acide chlorhydrique)	Gravillons 5/20	<ul style="list-style-type: none"> • 52.3% pour le niveau 1; • 30.2-32.4% pour le niveau 3
Abbas et al. [25]	Analyse d'image et solution de sulfate de sodium	Gravillons 4.75/9.5, 9.5/12.7, 12.7/19	<ul style="list-style-type: none"> • Analyse d'image : 30%, 21%, 21% respectivement pour 4.75/9.5 mm, 9.5/12.7 mm, 12.7/19 mm. • Solution de sulfate de sodium : 26%, 22%, 21% respectivement pour 4.75/9.5 mm, 9.5/12.7 mm, 12.7/19 mm.
Hansen et Narud [28]	Méthode de traverse linéaire*	Gravillons 4/8, 8/16, 16/32	<ul style="list-style-type: none"> • 58-64% pour la fraction 4/8 ; • 38-39% pour la fraction 8/16 ; • 25/35% pour la fraction 16/32
Topçu et al. [29]	Méthode de traverse linéaire*	Gravillons 4/8, 16/32	<ul style="list-style-type: none"> • 60% pour la fraction 4/8 ; • 30% pour la fraction 16/32

*norme ASTM C457 basée sur l'analyse d'image pour calculer le pourcentage du volume de mortier sur le volume total du béton

Dans ce tableau, seule l'étude de Yagishita et al. [26] montre que la teneur en mortier adhérent augmente avec la taille des grains. Il est constaté également une dispersion importante de la teneur en mortier ou en pâte de ciment adhérente entre les études.

I-3.3. Absorption d'eau des GBR

L'absorption d'eau des GBR est plus élevée par rapport à celle des granulats naturels en raison de la présence de la pâte de ciment adhérente. Cette dernière possède une porosité plus importante que celle des granulats naturels. De plus, l'état de saturation initial des granulats influence également la quantité d'eau absorbée lors du malaxage. L'utilisation de granulats sous-saturés (sec ou non-saturé) entraîne une absorption d'eau dans le malaxeur. Nous avons donc une diminution du rapport E_{eff}/C nominal. A l'inverse, quand les granulats sont utilisés à l'état sursaturé, l'eau en excès va entraîner une augmentation du rapport E_{eff}/C nominal. La détermination de l'absorption d'eau et la connaissance de l'état de saturation initial des granulats sont nécessaires pour la formulation et la fabrication du béton ou du mortier

I-3.3.1 État « saturé surface sèche -SSS»

Dans la littérature, les différentes méthodes pour déterminer l'absorption d'eau sont basées sur l'humidification ou le séchage progressif du matériau granulaire jusqu'à l'état « saturé surface sèche » (SSS), état dans lequel la porosité intra-granulaire est complètement remplie d'eau et il existe une fine couche d'eau adsorbée en surface des grains. Selon les études de W. Pietsch [30] et R. Collet [31], l'état d'humidité des grains dépend du degré de saturation du milieu granulaire (Figure 7) :

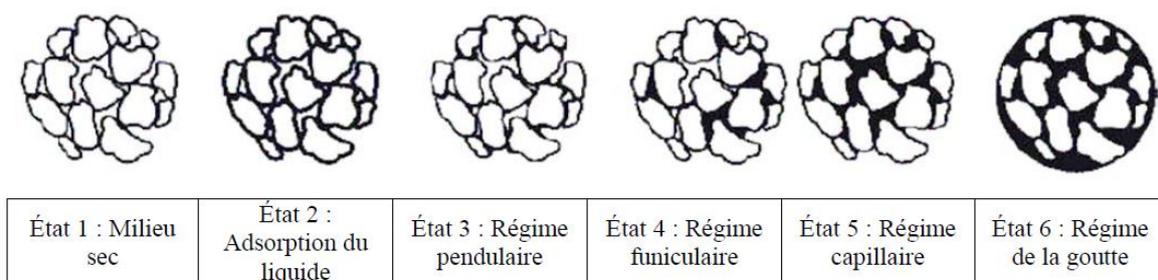


Figure 7 : Régime de mouillage d'un milieu granulaire [30], [31]

Six états peuvent être identifiés selon le taux de saturation du milieu granulaire.

- **Etat 1** (*milieu sec*) : un état théorique où le milieu est complètement sec.
- **Etat 2** (*adsorption du liquide*) : le liquide est adsorbé à la surface des particules, mais il n'est pas suffisant pour créer des ponts liquides.
- **Etat 3** (*régime pendulaire*) : état dans lequel la quantité de liquide à la surface des particules forme des ponts liquides aux points de contact entre les particules.

- **Etat 4** (*régime funiculaire*) : la majorité des points de contact entre les particules sont déjà reliés par les ponts liquides et la porosité inter-particulaire des agglomérats formés lors de l'étape précédente est progressivement remplie par le liquide ajouté.
- **Etat 5** (*régime capillaire*) : dans cet état, la porosité inter-particulaire des agglomérats est complètement saturée par le liquide. Dans ce cas-là, le liquide supplémentaire forme de nouveaux ponts liquides entre tous les agglomérats.
- **Etat 6** (*régime de goutte*) : Le volume de liquide est supérieur au volume poreux initial qui provoque un espacement des particules.

L'état SSS recherché pour déterminer le coefficient d'absorption d'eau correspond à l'état 2 parmi les 6 états ci-dessus. Dans cet état, la porosité interne des grains est supposée complètement saturée et leur surface est supposée sèche, hormis quelques couches d'eau adsorbées fortement.

Dès qu'on obtient l'état SSS, on peut obtenir la masse totale de l'eau absorbée dans les granulats et on peut ainsi calculer leur coefficient d'absorption en eau.

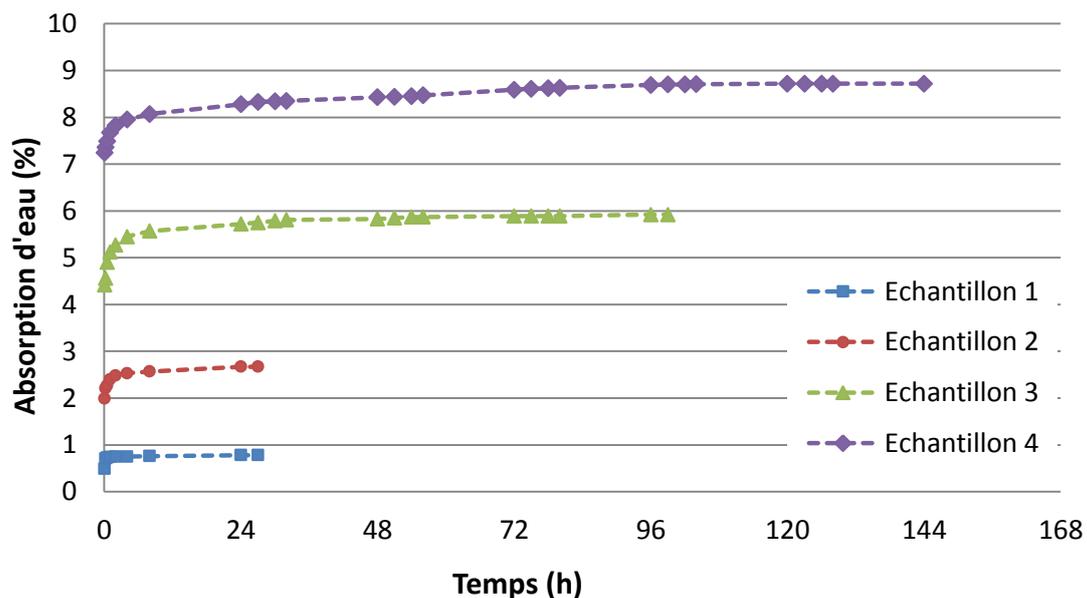
I-3.3.2 Absorption d'eau des gravillons recyclés

Pour les graviers, les différentes méthodes normalisées (norme européenne EN 1097-6 [32], norme américaine ASTM C 127-07 [33], norme anglaise BS 812 Part 2 [34],...) peuvent être utilisées pour caractériser l'absorption d'eau des graviers de GBR ($d > 4\text{mm}$). Le principe de ces méthodes est similaire. Il consiste à déterminer la teneur en eau à l'état « saturé surface sèche (SSS) » des granulats après une immersion totale dans l'eau de 24 heures. L'état SSS est identifié par un séchage en utilisant des serviettes absorbantes jusqu'à ce que les films d'eau visible aient disparu en surface des grains.

D'autres méthodes ont également été développées pour étudier plus spécifiquement l'absorption d'eau des gravillons de GBR. En fait, les méthodes précédentes ne donnent pas d'indication sur la cinétique d'absorption. Deux méthodes proposées par Tam et al. [35] et Djerbi Tegguer [36] permettent d'étudier la cinétique d'absorption d'eau des graviers de GBR :

-La méthode RAWA (*Real-time Assessment of Water Absorption*) [35].

L'échantillon, préalablement séché à 75 ± 5 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante, est placé dans un pycnomètre rempli d'eau. Le changement du niveau d'eau dans le pycnomètre par absorption d'eau des granulats est corrigé en ajoutant de l'eau. Après chaque ajout, on note la masse du pycnomètre et le temps d'ajout. L'absorption d'eau peut être calculée par la quantité d'eau d'ajout sur la masse à l'état sec de l'échantillon. Ils ont montré que l'absorption d'eau des GBR n'est pas finie après 24h d'immersion. Cependant, l'évolution de l'absorption après 24h est faible. En fait, après 5h d'immersion, la valeur d'absorption d'eau présente environ 80% d'absorption d'eau totale (voir Figure 8).



Échantillon 1 : granulats naturels

Échantillon 2 : granulats de béton recyclé de Tuen Mun Area 38

Échantillon 3 : granulats de démolition du site Victoria Harbour (30 ans de service)

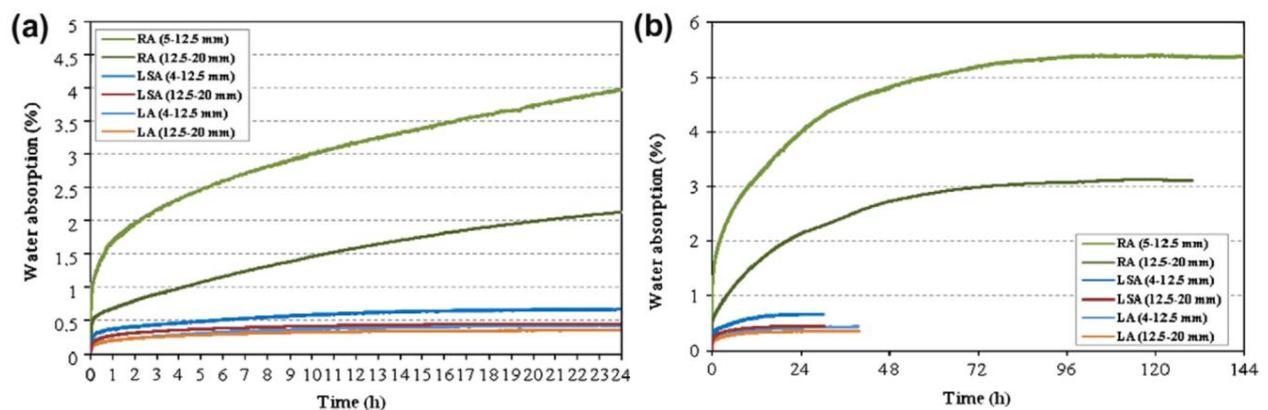
Échantillon 4 : granulats de démolition des bâtiments environ 35 ans

Figure 8 : Évolution d'absorption d'eau des granulats [35]

Cette méthode a été proposée afin d'éviter un séchage à une température importante (105°C) de la norme par un séchage à 75 ± 5 °C ce qu'il peut affecter l'eau chimiquement liée de la pâte de ciment. Cette méthode permet de suivre l'évolution de l'absorption au cours du temps. Et elle permet également d'éviter de perdre des fines en utilisant le chiffon ou la serviette pour sécher comme les normes.

Cependant, l'inconvénient de cette méthode réside principalement dans l'évacuation initiale des bulles d'air qui sont piégées entre les granulats dans le pycnomètre. Un autre problème est la détermination de la masse initiale du pycnomètre.

-Djerbi Tegger [36] a proposé une méthode basée sur la pesée hydrostatique. Elle permet de mesurer la variation de masse d'un échantillon immergé dans un bain thermo régulé à 20°C. L'échantillon est préalablement séché à $110\pm 5^\circ\text{C}$ jusqu'à l'obtention d'une masse constante, puis placé dans un panier suspendu à une balance pour enregistrer la masse de l'échantillon au cours du temps. La principale différence de cette méthode par rapport à la précédente est l'utilisation de la pesée hydrostatique pour déterminer la quantité d'eau absorbée dans les granulats et la possibilité d'évaluer la cinétique d'absorption d'eau des GBR.



RA : granulat de béton recyclé ;

LA : granulat calcaire ;

LSA : granulat silico-calcaire

Figure 9 : Évolution d'absorption d'eau des granulats [36]

Cette méthode permet d'évaluer la variation du coefficient d'absorption d'eau en fonction du temps par une mesure hydrostatique. Le problème d'évacuation initiale des bulles d'air entre les grains est donc présent toujours dans cette méthode. Il existe également la difficulté de mesurer la première valeur parce qu'il faut attendre l'équilibre du système. Par contre, la première acquisition est aussi importante, parce que l'absorption d'eau initiale est importante pour les GBR.

Bendimerad et al. [37] ont réutilisé ces deux méthodes et amélioré les équations de calcul pour déterminer l'absorption d'eau des gravillons de GBR. Ils ont montré que les deux méthodes donnent des résultats similaires pour les gravillons ($d > 4\text{mm}$). Ils ont montré que 90% de l'absorption d'eau s'effectue, pour les gravillons utilisés, au cours des 24 premières heures d'immersion. Elle ralentit ensuite considérablement.

I-3.3.3 Absorption d'eau du sable recyclé

La procédure de concassage des bétons pour fabriquer les GBR produit une quantité importante de sable recyclé ($d < 5 \text{ mm}$). L'amélioration de la qualité ce matériau permettrait de réduire considérablement la quantité de déchets de démolition mis en centre de stockage.

Tableau 4 : Comparaison de la procédure des méthodes normalisée de mesure d'absorption d'eau du sable

	EN 1097-6	ASTM	A23.2-6A	AASHTO T84
Fraction concernée (mm)	0.063/4	0.075/ 4.75	0.075/4.75	0.075/ 4.75
Durée d'immersion (h)	24	24	24	17±1
Remplissage du cône	<ul style="list-style-type: none"> - Non détaillé. - Une seule indication : interdire le remplissage supplémentaire du moule après le tassement. 	<ul style="list-style-type: none"> - Remplir le moule tronconique à refus avant l'application du pilon normalisé. - Le pilon doit tomber librement d'une hauteur initiale de 5mm à la surface du sable. 	Ne pas ajouter de sable après le tassement.	La surface du cône doit être arasée après tassement et l'essai doit être refait si après tassement le niveau du sable se trouve sous le niveau de la partie supérieure du cône.
Forme du tas de matériau pour identifier l'état SSS	Selon la figure fournie.	La surface du cône « s'affaisse légèrement »		25 à 75% de la surface supérieure du cône s'affaisse après soulèvement.

La détermination du coefficient d'absorption d'eau des sables est plus difficile que pour les gros granulats en raison de la présence des fines. Dans un matériau granulaire fin, il est possible de trouver de l'eau dans les pores internes des granulats, adsorbée à la surface des particules et dans les agglomérats de fines. De plus, il peut être difficile de distinguer l'eau absorbée dans les pores internes et l'eau piégée dans les agglomérats. Comme il a été dit, l'absorption d'eau est un des paramètres importants pour la formulation du béton. Mais il existe, jusqu'à aujourd'hui, aucune méthode spécifique applicable pour déterminer le coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé. Dans la littérature, certains méthodes

expérimentales ont été proposées afin d'améliorer la mesure d'absorption d'eau des sables recyclés.

Différentes méthodes normalisées ou non-normalisée ont été proposées dans la littérature pour déterminer le coefficient d'absorption d'eau des sables et ont été appliquées aux sables recyclés.

Le principe des méthodes normalisées, européenne EN 1097-6 [32], américaine ASTM C 128-4 [38] et AASHTO T84 , canadienne A23.2-6A, est similaire (Tableau 4). L'absorption d'eau est déterminée en identifiant la teneur en eau à l'état SSS. Le sable est immergé 24 heures dans l'eau avant d'être séché progressivement par un courant d'air chaud. L'état SSS est identifié à partir d'un essai d'affaissement d'un cône de sable permettant de détecter d'éventuelles forces capillaires liées à la présence d'eau interstitielle.



Figure 10 : Séchage l'échantillon par le papier absorbant [39]

Une méthode non-normalisée a été développée par IFSTTAR, sous le nom IFSTTAR N78 [39], pour la mesure du coefficient d'absorption d'eau des sables concassés. Cette méthode propose d'utiliser les papiers absorbants pour identifier l'état SSS (Figure 10). L'état SSS est atteint en séchant l'échantillon à l'aide d'une double feuille de papier absorbant jusqu'à ce qu'aucune trace d'humidité ne soit observable à la surface du papier. En utilisant cette méthode, on risque de perdre des fines qui collent sur les papiers.

Dana et Peters [40] ont développé une procédure se basant sur les principes de la thermodynamique. L'échantillon saturé est placé dans un tambour tournant avec une source d'air chaud à une des extrémités du tambour afin de sécher uniformément l'échantillon en rotation. Ce tambour est équipé de deux thermocouples permettant d'enregistrer les

températures d'entrée et de sortie de l'air chaud afin de calculer le gradient thermique entre les deux extrémités du tambour. Tant qu'il existe de l'humidité à la surface de l'échantillon, une valeur constante du gradient thermique est observée. Dès que l'état SSS est atteint, le gradient thermique diminue rapidement.

Cette étude a été reprise par Kandhal et al. [41] qui ont développé un second prototype permettant d'améliorer la reproductibilité de la mesure. La Figure 11 présente un exemple d'évolution de la différence de température en entrée et en sortie (*appelée gradient thermique par les auteurs, terme repris par la suite*) en fonction du temps. Cependant, cette méthode demande une récupération de l'échantillon soignée et rapide à partir du tambour pour le peser après avoir identifié l'état SSS sur le graphique. De plus, on peut perdre des fines à la sortie du tambour en utilisant le courant d'air chaud. Ensuite, Gentilini et al. [42] ont amélioré ce prototype. Ils ont ajouté à la sortie une grille de taille 0.5mm et un système pour collecter les fines afin d'éviter de perdre des fines. La température de séchage est contrôlée à 70°C. En plus, le système est mis sur une balance pour enregistrer le changement de la masse ce qui évite de sortir l'échantillon du dispositif pour le peser.

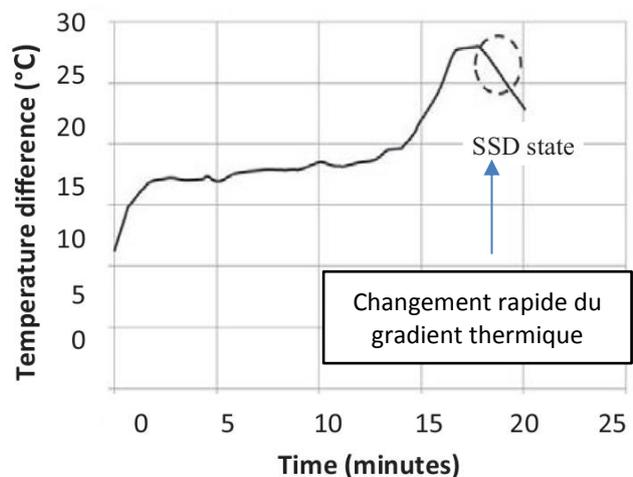
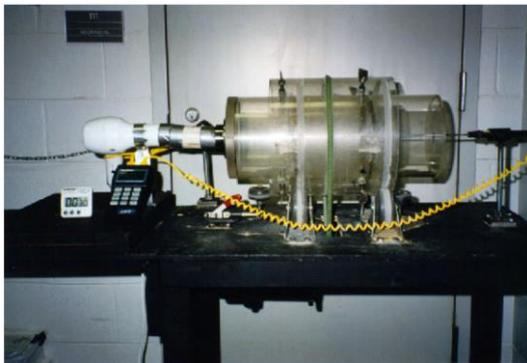


Figure 11 : Appareil et courbe de gradient thermique en fonction du temps de séchage [41]

Une autre méthode, nommée évaporométrie, a été développée par Mechling et al. [43]. Le principe de cette méthode est basé sur le changement du régime de la vitesse de séchage d'un tapis granulaire à température et hygrométrie constante ($40 \pm 5^\circ\text{C}$). Ce changement va apparaître dès que l'on passe de l'évaporation de l'eau inter-granulaire à l'évaporation de l'eau intra-granulaire ou encore de l'eau d'absorption. Ce changement permet de déterminer la teneur en eau critique qui correspond à l'absorption d'eau des granulats.

Cette technique est une solution simple pour mesurer l'absorption d'eau des granulats fins. Elle est applicable sur différentes fractions de granulat et pour une grande plage d'absorption de quelques pourcents à une dizaine de pourcents. Pourtant, l'hypothèse que toute l'eau inter-granulaire s'évapore pendant la phase à vitesse constante n'est pas facile à vérifier, il est possible qu'une quantité de cette d'eau puisse être encore présente au point critique.

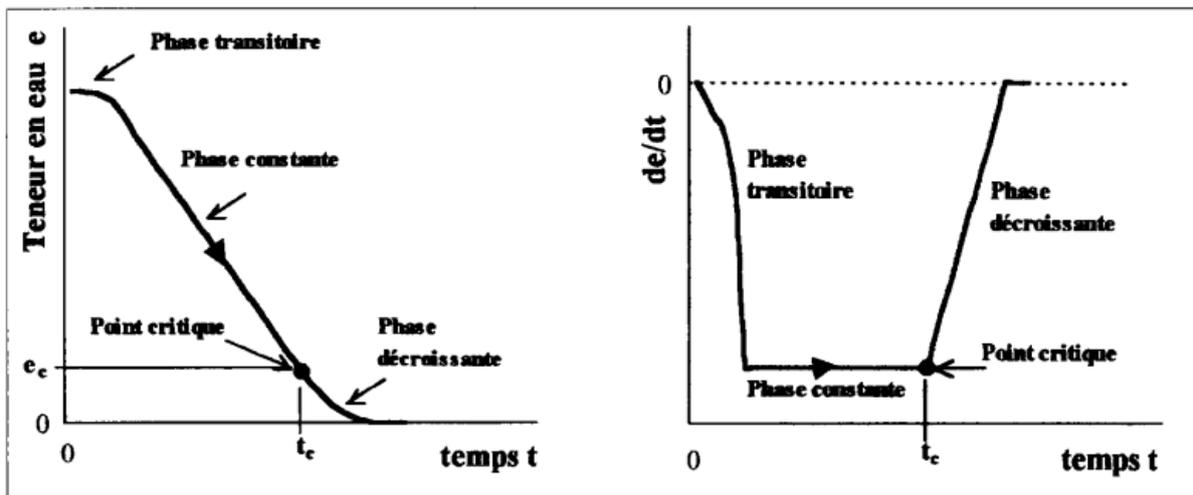


Figure 12 : Courbes de séchage d'un matériau poreux- évolution de la teneur en eau et de la vitesse de séchage [43]

Dans le cas spécifique des sables recyclés, une méthode par extrapolation a été proposée par Zhao [3]. C'est une méthode indirecte qui permet de déterminer l'absorption d'eau des fines du sable recyclé ($d < 0.63$ mm). Cette méthode est basée sur la connaissance de la teneur en pâte de ciment de chaque fraction et l'absorption d'eau des fractions grossières ($d > 0.63$ mm). La teneur en pâte de ciment de chaque fraction granulaire est estimée à partir de la fraction soluble de la pâte de ciment dans l'acide salicylique. L'absorption d'eau des fractions grossières est mesurée par deux méthodes : EN 1097-6 et IFSTTAR N78.

Pour conclure, dans la littérature, pour les gros granulats ($d > 5$ mm), la plupart des méthodes normalisées sont basées sur le même principe que la norme européenne EN 1097-6. Dans ces méthodes, on détermine l'état SSS des granulats à partir d'un séchage avec des chiffons, un tissu absorbant ou des serviettes. Cependant, plusieurs inconvénients ont été recensés, par exemple : la température de séchage, le temps d'immersion de l'échantillon dans l'eau,...[35]. Tam et al [35], Djerbi [36] ont récemment proposé des méthodes pour mesurer l'absorption d'eau des granulats et également la cinétique d'absorption. Ces deux

méthodes ont réutilisés par [37] afin d'améliorer le mode d'opérateur et le traitement des données. Globalement, pour les gravillons de GBR, il n'y a pas problème d'identification d'état SSS. Il n'y a pas problème de détermination l'absorption d'eau.

Tableau 5 : Absorption d'eau des granulats naturels et recyclé

Auteurs	Gravillons Naturels (taille)	Gravillons recyclés (taille)	sables naturelles (taille)	sables recyclées (taille)	Méthode utilisée
Corinaldesi et Moriconi [44]	2.0% (5/15mm)	8.0% (5/15mm)	3.0% (0/5 mm)	10.0% (0/5 mm)	Norme européenne EN 197-6
Tam et al.[35]	0.8% (10mm)	2.6%, 5.8%, 8.7% (10mm)			RAWA – Real time assessment of water absorption
Djerbi [36]	0.5%÷0.8%	5.5% (5/12.5mm) 3.1% (12.5/20mm)			Pesée hydrostatique
Bendimerad et al. [37]	0.6% (4/10mm) 0.6% (6.3/20mm)	5.2% (4/10mm) 4.9% (10/20mm)			Pycnomètre (RAWA)
	0.6% (4/10mm) 0.5% (6.3/20mm)	5.3% (4/10mm) 4.9% (10/20mm)			Pesée hydrostatique
Mechling et al [43]			1.2%÷3.7% sable naturel (dm=0.4÷1mm) 4.2%÷7.4% additions minérales (dm=0.006÷0.01mm)	14.6-31.1% sable recyclé (dm=0.025÷0.04mm)	Evaporométrie (dm: diamètre moyenne)
Kandhal et al. [41]			<ul style="list-style-type: none"> • Méthode normalisée : Granite: 0.55% Quartz: 2.92% Dolomite: 0.67% • nouvelle méthode : Granite: 0.98% Quartz: 2.65% Dolomite: 1.11% 		<ul style="list-style-type: none"> - Méthode normalisée AASHTO T84 - Nouvelle méthode : séchage au tambour (méthode thermo-dynamique)
Gentilini et al. [42]			<ul style="list-style-type: none"> • Sable naturel : 2.6% (0/4mm) • Calcaire : 2.7% (0/4mm) 	Sable recyclé : 6.7% (0/4mm)	séchage au tambour (méthode thermo-dynamique)
Zhao et al. [17]				6.9% (0/5mm)	EN 1097-6
				10.0 (0/5mm)	IFSTTAR N°78
				8÷8.7% (0/5mm)	Extrapolation

Par contre, pour le sable recyclé, l'identification d'état SSS est compliquée. Le sable recyclé possède une teneur en fines importante par rapport au sable naturel ce qui tend à

créer des agglomérats entre les fines au cours du séchage. On a donc du mal à identifier l'état SSS. C'est pourquoi il existe un grand nombre des protocoles dans la littérature pour résoudre ce problème.

Pour le sable, les méthodes normalisées sont basées sur le même principe que la norme européenne EN 1097-6. Dans ces méthodes, l'état SSS des granulats est déterminé à partir d'un essai d'affaissement au cône. Les autres méthodes non-normalisées diffèrent par le mode d'extraction de l'eau excédentaire utilisé pour identifier l'état SSS. La plupart des modes d'extraction est le séchage. Beaucoup d'entre elles sont basées sur l'utilisation d'une source d'air chaud et une homogénéisation. Cette dernière n'est pas toujours efficace et peut conduire à un séchage hétérogène des particules. Une méthode indirecte a été proposée ce qui permet de déterminer l'absorption d'eau des fines. Cette méthode est basée sur la connaissance de la teneur en pâte de ciment de chaque fraction et l'absorption d'eau des fractions grossières ($d > 0.63$ mm).

Le Tableau 5 résume les différents résultats de mesure d'absorption d'eau des granulats naturels et recyclés dans les études précédentes. Il est constaté une grande dispersion des résultats dans le tableau. Probablement, cette dispersion peut être due à l'hétérogénéité du matériau utilisé, l'origine du béton, la taille des particules,... mais aussi aux protocoles expérimentaux utilisés.

I-4. Propriétés des bétons et mortiers contenant des GBR

I-4.1. Propriétés à l'état frais

Les facteurs principaux influençant la maniabilité des bétons sont la granulométrie et la forme des granulats, les quantités d'eau et de liant utilisées [45].

Les GBR sont obtenus par concassage du béton et présentent souvent des formes plus anguleuses que les granulats naturels. Lorsque le squelette granulaire est fixé, la quantité l'eau libre est le paramètre principal qui contrôle la maniabilité du béton. Pour obtenir la même maniabilité qu'un béton conventionnel, le béton contenant des GBR à l'état sec demande plus d'eau en raison de sa plus grande capacité d'absorption [27].

Le Tableau 6 résume les études de la maniabilité des bétons et des mortiers contenant des GBR dans la littérature. On constate que l'état de saturation initial des granulats a été

mentionné dans certain études [46], [47]. Cependant, les autres études ne détaillent pas l'état de saturation des granulats utilisés.

Tableau 6 : Affaissement initial des formulations contenant des GBR

Formulation	GBR utilisés	WA (%)	Méthode de mesure WA	Etat de saturation	Taux de substitution (%) / Affaissement initial (mm)				Références
					%	Sec	< SSS	SSS	
Béton $E_{eff}/C=0.57$	Gravillon de GBR	10mm : 7.6% 20mm : 6.3%	Non renseigné	-Sec - inférieur à SSS -SSS	%	Sec	< SSS	SSS	Poon et al. [46]
					0	110	105	100	
					20	120	90	105	
					50	130	100	110	
					100	145	125	100	
Béton $E_{eff}/C = 0.55$	Gravillon de GBR	10mm : 4.3% 20mm : 3.5%	Non renseigné	Teneur en eau naturelle (w) : 1.1% (10mm) et 1.0% (20mm)	%	w			Poon et al. [48]
					0	150			
					20	160			
					50	170			
					80	185			
					100	195			
Béton $E_{eff}/C = 0.45$	Gravillon de GBR	10mm : 4.3% 20mm : 3.5%	Non renseigné	Non renseigné	%	N/A			Kou et al. [49]
					0	140			
					20	155			
					50	170			
					100	195			
Béton $E_{eff}/C = 0.41$	Gravillon de GBR	4.75/25 mm : 6.4%	Non renseigné	Sec et SSS	%	Sec	SSS		Yong & Teo [47]
					0	55			
					50	10			
					100	0	55		
Béton	Gravillon de GBR	14mm : 5.6%	AS 1141.6 (Norme australienne)	Pré-saturé 10min avant de malaxage	%	N/A			Sagoe-Crentsil et al.[50]
					0	90			
					100	75			
Béton $E_{eff}/C = 0.5$	sables de GBR	0/5mm : 6.25%	Non renseigné	Non renseigné	%	N/A			J.M. Khatib [51]
					0	145			
					25	170			
					50	175			
					75	185			
					100	190			
Béton	sables de GBR	0/4mm : 10.9%	EN 1097-6	Pré-saturé 10min avant de malaxage	%	N/A			Pereira et al. [52]
					0	123			
					10	123			
					30	119			
					50	123			
					100	112			
Mortier $E_{eff}/C = 0.6$	Sables de GBR	0/5mm : 7.6%	Méthode par extrapolation	Pré-saturation 24h avant de malaxage avec une quantité d'eau =Eeff	%	N/A			Zhao et al. [53]
					0	105			
					10	93			
					20	80			
					30	76			
					50	70			
					100	55			

La Figure 13a montre l'affaissement relatif (rapport entre l'affaissement du béton contenant des gravillons de GBR et celui du béton référence) en fonction de taux de substitution en gravillons de GBR. La maniabilité du béton recyclé augmente ou se maintient quand le taux de substitution en gravillons de GBR augmente et ceci quel que soit l'état de saturation des gravillons. Toutefois dans les études de Yong & Teo [47] et de Sagoe-Crentsil et al.[50], l'augmentation de taux de substitution en gravillons de GBR tend à diminuer l'affaissement initial du béton.

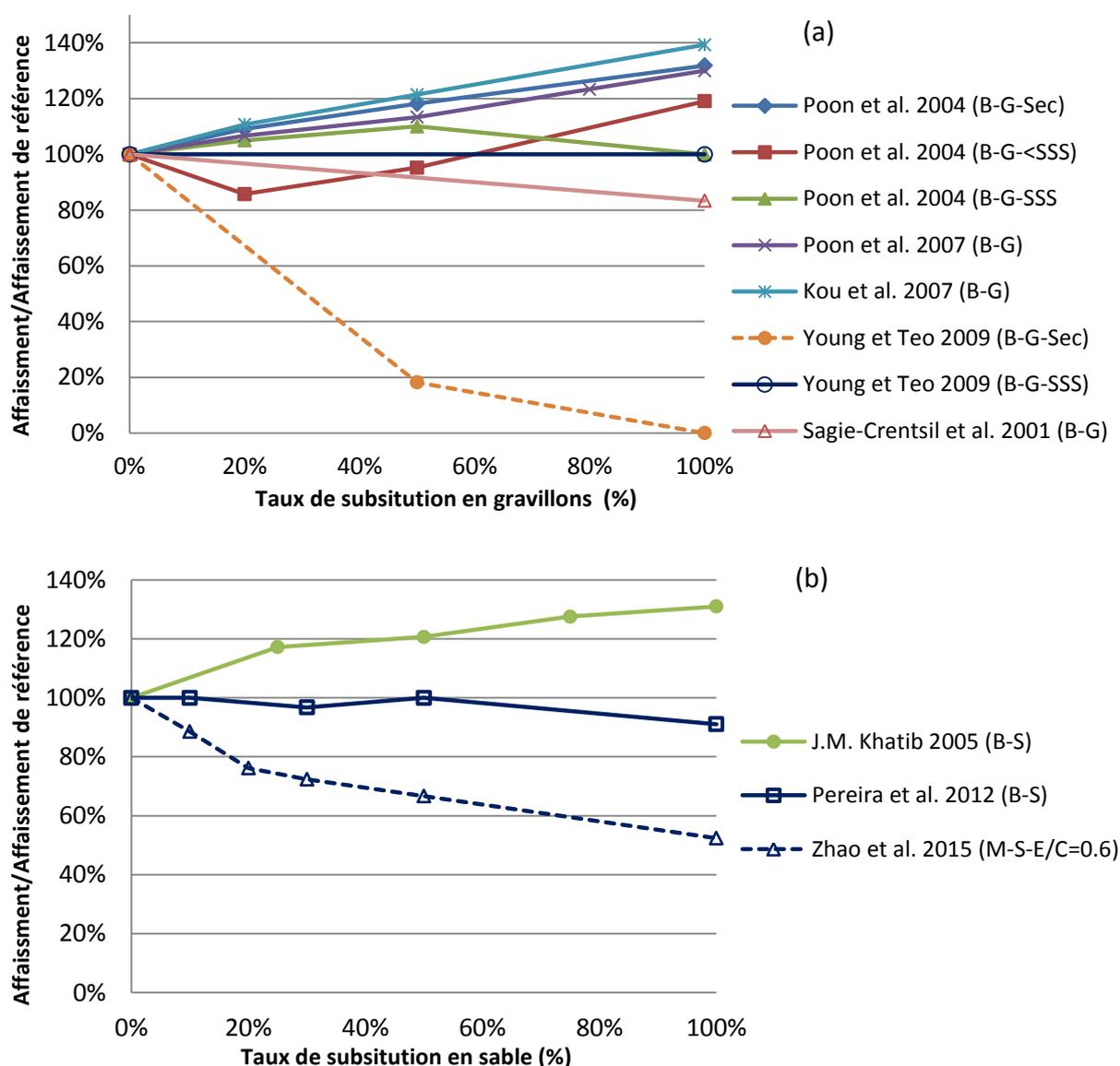


Figure 13 : Affaissement initial relatif entre les formulations contenant des GBR et référence (B : béton, M : mortier, G : gravillon de GBR, S : sable de GBR)

En utilisant les gravillons de GBR à l'état humide sous-sursaturé par rapport à l'état SSS, Poon et al.[48] ont montré que l'affaissement initial du béton contenant des gravillons de

GBR augmente lorsque le taux de substitution en gravillons de GBR augmente. Les travaux de Kou et al. [49] ont confirmé ces résultats.

Il est constaté que l'affaissement initial du béton contenant des granulats à l'état sec est plus important que pour des granulats saturés [46]. Si les bétons sont formulés avec une quantité d'eau totale identique, le béton contenant des granulats recyclés à l'état sec présente une quantité d'eau dans la pâte de ciment plus importante que celui fabriqué avec les granulats à l'état saturé. Par conséquent, sa maniabilité est plus importante que celle mesurée avec les granulats sursaturés.

En utilisant les granulats à l'état SSS, quel que soit le taux de remplacement, l'affaissement des bétons contenant des gravillons de GBR est identique à celui du béton référence (0% de GBR) [46] [47]. Dans ce cas-là, la quantité d'eau disponible dans la pâte de ciment n'est que l'eau efficace.

La Figure 13b montre l'affaissement relatif (rapport entre l'affaissement du béton, du mortier contenant des fines de GBR et celui de référence) en fonction de taux de substitution en fines de GBR. Il est constaté, pour le béton, l'affaissement initial augmente ou varie très peu lorsque le taux de substitution en fines de GBR augmente. En revanche, pour le mortier, la tendance est l'inverse [3]. Il faut noter que, dans ces études, les auteurs ne mentionnent pas l'état de saturation initial des fines.

En fait, grâce à la capacité d'absorption d'eau plus importante des fines de GBR par rapport au sable naturel, lorsque le taux de substitution en fines de GBR augmente, la quantité d'eau totale doit augmenter également pour maintenir le rapport E_{eff}/C . En plus, quand les granulats sont utilisés à l'état sec ou inférieur à SSS, il y a une quantité d'eau d'absorption qui reste à présenter dans la pâte de ciment à l'issue du malaxage. Par conséquent, quand le taux de remplacement des fines de GBR augmente, la maniabilité du béton augmente.

Les résultats dans la littérature montrent également que l'hétérogénéité du matériau GBR ne permet de dégager qu'une tendance plutôt qu'une règle générale. De plus, il est parfois difficile de comparer les études les unes avec les autres par manque d'informations concernant les protocoles expérimentaux (notamment, le degré de saturation initial des granulats).

I-4.2. Propriétés mécaniques et microstructure des bétons et mortiers contenant des GBR

La résistance en compression des bétons dépend principalement du rapport E_{eff}/C , du type de ciment, de la nature et de la qualité des granulats, et des conditions de conservation. Le taux de remplacement des granulats naturels par les GBR devient ainsi un paramètre fondamental dont il faut tenir compte pour la résistance en compression [45]. En effet, ce dernier va influencer: la qualité du squelette granulaire (la résistance intrinsèque), car la qualité des GBR est plus faible que celle des granulats naturels, et le rapport E_{eff}/C à cause de la capacité d'absorption d'eau plus importante que celle des granulats naturels. La moins bonne maîtrise de l'eau efficace risque également de jouer un rôle non négligeable sur les propriétés mécaniques des bétons ou des mortiers contenant des GBR.

I-4.2.1 Cas des gravillons de GBR

La Figure 14 montre la résistance relative (rapport entre la résistance du béton contenant des gravillons de GBR et celle du béton référence) en fonction de taux de substitution en gravillons de GBR. La résistance en compression chute lorsque le taux de substitution augmente [29], [46], [48], [54]–[58]. Cette perte de la résistance en compression pourrait être due à la plus faible résistance des GBR par rapport aux granulats naturels en raison de la présence de pâte de ciment adhérente. Par ailleurs, le coefficient d'absorption d'eau important des GBR et la difficulté liées à sa mesure conduisent également à une mauvaise estimation du rapport E_{eff}/C du béton, ce qui impacte également la résistance en compression.

Cependant, Etxeberria et al. [27] et Malešev et al. [59] montrent une augmentation de la résistance en compression avec le taux de substitution. Selon ces auteurs ce comportement serait dû à la rugosité et la capacité d'absorption d'eau de la pâte de ciment adhérente qui produiraient une bonne adhérence entre la nouvelle pâte et les GBR [27], [60].

Poon et al. [46] ont montré que l'utilisation des gravillons de GBR à l'état sec et inférieur à SSS avait un effet positif sur la résistance du béton. Par contre, la résistance du béton fabriqué avec des GBR à l'état SSS est diminuée. Dans ce cas-là, la chute de résistance peut être attribuée à l'effet de micro-ressuage du béton quand le béton est compacté. Au cours du compactage du béton, l'eau contenue dans les granulats se déplacerait vers la pâte de

ciment augmentant ainsi le rapport E_{eff}/C à la zone d'interface. La liaison entre la matrice de ciment et les granulats serait donc plus faible. A l'inverse, quand on utilise les GBR à l'état sec, l'eau peut être absorbée par les granulats, il y aurait donc un mouvement d'eau de la pâte de ciment vers les granulats. Le rapport E_{eff}/C diminuerait et la résistance du béton serait augmentée [46].

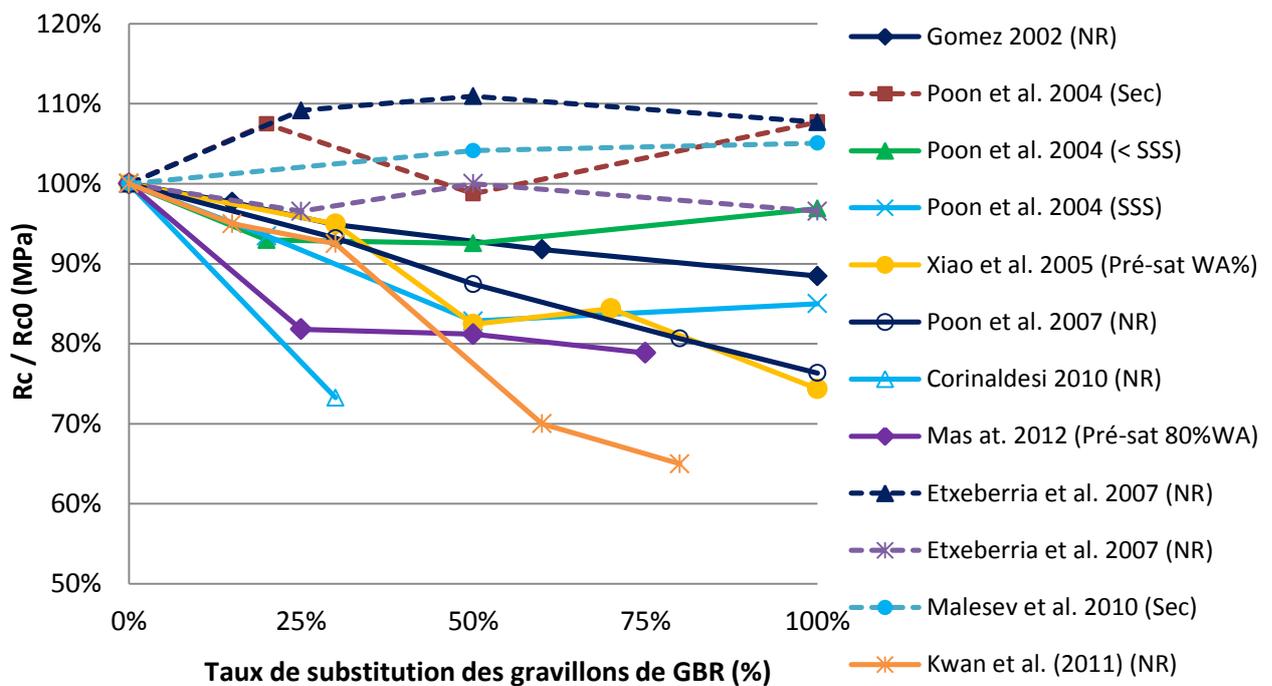


Figure 14 : Résistance relative entre la résistance du béton contenant des gravillons de GBR et du béton référence à 28 jours (NR : non-renseigné l'état de saturation des granulats)

I-4.2.2 Cas des fines des GBR

Plusieurs études ont également été réalisées pour étudier l'influence du remplacement du sable naturel par du sable recyclé (Tableau 7).

La Figure 15 montre la variation de résistance relative (rapport entre la résistance du béton ou du mortier contenant du sable recyclé et le béton ou le mortier référence) en fonction du taux de remplacement du sable naturel par du sable recyclé. Les résultats montrent que la résistance du béton ou du mortier diminue lorsque le taux de substitution en sable recyclé augmente [51]–[53]. Sauf dans l'étude de Kou et al. [61] où les auteurs ont montré que la résistance du béton augmente avec le taux de substitution de 25%, 50% et 75% en maintenant l'affaissement constant par rapport au béton de référence. Cependant, à 100% de remplacement, la résistance est égale à celle du béton de référence.

Evangelista et al. [62] ont montré que la résistance en compression varie très peu lorsque le taux de substitution reste inférieur à 50%. A 100% de remplacement, une chute de résistance est observée. Par contre, l'état de saturation des granulats n'est pas précisé dans cette étude. En plus, ils ont utilisé le super-plastifiant afin de maintenir l'affaissement.

Tableau 7 : Propriétés mécaniques des bétons et des mortiers contenant du sable recyclé

Taux de substitution (%)	Formulations							
	Béton : E_{eff}/C constant=0.5	Béton : M_{ciment} constant ; utilisation super-plastifiant	Béton : E_{eff}/C constant	Béton : Affaissement initial constant	Béton : Sans super-plastifiant	Béton : super-plastifiant	Mortier : $E_{eff}/C=0.5$	Mortier : $E_{eff}/C=0.6$
	Etat de saturation							
	Non renseigné	Pré-saturation 2/3 eau totale pendant 20min	SSS	SSS	Non renseigné	Non renseigné	Pré-saturation 24h avant de malaxage avec une quantité d'eau = E_{eff}	
	Taille des granulats (mm)							
	0.15/5mm	0.074/1.19mm	0.075/5mm		0/4mm		0/5mm	
	WA (%)							
	6.2	13.1	11.9		10.9		7.6	
	Résistance en compression à 28 jours (MPa)							
0%	46.7	59.3	44.3	53.7	39.5	53.3	67.8	56.0
10%		59.0			40.0	53.7	66.6	51.2
20%		57.3					64.6	49.3
25%	35.3		44.5	64.3				
30%		57.1			38.6	51.0	57.2	47.4
50%	35.2	58.8	43.4	62.3	37.6	47.8	53.8	46.9
75%	35.1		41.3	56.3				
100%	30.0	54.8	38.7	53.2	38.6	45.1	42.1	39.1
Références	Khatib [51]	Evangelista et al. [62]	Kou et al. (I) [63]	Kou et al. (II) [63]	Pereira et al. (sans sp) [52]	Pereira et al. 2012 (avec sp) [52]	Zhao et al. [53]	Zhao et al. [53]

Parmi les résultats présentés dans la littérature, il est difficile de comparer ces résultats et de dégager des tendances claires. Dans le Tableau 7, on peut en effet constater des différences de formulation, de taille et d'origine des granulats utilisés, d'état de saturation initial des granulats,...entre les études.

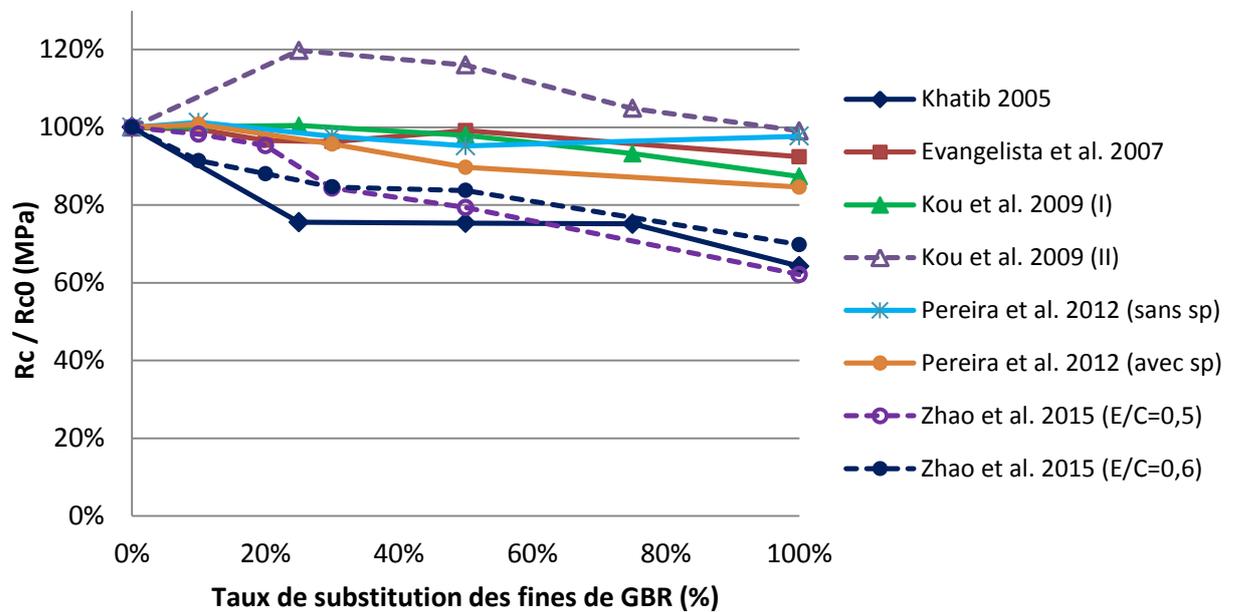


Figure 15 : Résistance relative des bétons et des mortiers contenant du sable recyclé

Pour conclure, le taux de remplacement des GBR influence de manière importante les propriétés mécaniques des bétons et des mortiers. Lorsqu'on augmente le taux de remplacement des GBR, la quantité d'eau totale doit être augmentée afin de compenser la quantité d'eau absorbée par les granulats. La connaissance de la valeur d'absorption d'eau et de l'état de saturation initial des GBR est nécessaire afin de calculer la quantité d'eau totale pour la formulation. L'état de saturation des granulats joue donc un rôle important sur les propriétés mécaniques. Malheureusement, dans les études précédentes, l'état de saturation n'est pas systématiquement précisé.

I-4.3. Microstructure de la zone d'interface (ITZ)

I-4.3.1 Généralités sur l'ITZ

Dans le béton, la résistance à la compression dépend étroitement de la qualité de la zone de liaison entre le granulat et la pâte de ciment. La qualité de cette zone de liaison dépend en grande partie de sa porosité, souvent plus importante que la porosité de la matrice

cimentaire. Dans la littérature, on peut trouver plusieurs dénominations de cette zone, soit : « *zone d'interphase de transition* », « *zone d'interface* », « *auréole de transition* » ou « *Interfacial Transition Zone* » [64]–[68]. Nous utiliserons la notation « ITZ » dans toute la suite du mémoire. L'ITZ influence de manière importante les propriétés de transport, les propriétés mécaniques et la durabilité du béton [69]. Elle est généralement le point le plus faible dans le béton par rapport à la matrice de ciment et aux granulats [70].

La formation de l'ITZ dans le béton est due notamment à la présence d'une couche d'eau entourant les granulats dans le béton frais. La distribution de l'eau dans la pâte de ciment autour des granulats est hétérogène avec un rapport E/C plus important autour des granulats. Cet effet peut venir de deux phénomènes principaux lors du contact pâte de ciment fraîche-granat : l'effet de paroi et le micro-ressuage [67]. L'effet de paroi correspond à un empilement moins dense des grains de ciment autour du granulat par rapport à la pâte de ciment dans la masse. Le micro-ressuage est dû à une accumulation locale d'eau sous les granulats lors de la mise en place du béton. En plus de ces deux mécanismes, l'effet de « croissance unilatérale » et le transport des hydrates au cours de l'hydratation expliquent également la formation de l'ITZ [71]. Au cours de l'hydratation, auprès des granulats, les hydrates se développent dans une seule direction vers la matrice de ciment qui conduit une augmentation de la porosité dans la zone tout près des granulats (effet de « croissance unilatéral »).

I-4.3.2 Cas des granulats légers

Elsharief et al. [72] ont étudié la microstructure des mortiers à base de granulats légers poreux (schiste expansé) pour deux états hydriques différents (sec et humide). Le coefficient d'absorption d'eau à 15h était de 7% (obtenue par la norme ASTM C 128). Les auteurs ont montré (Figure 16) que l'ITZ dans le cas de granulats légers à l'état sec était moins poreuse que celle à l'état humide, la composition des mortiers étant identique ($E_{eff}/C=0.55$). Sur la Figure 16, la zone d'ITZ est divisée en deux parties. La partie la plus proche de la surface des granulats, environ 10 μm , présente une porosité plus importante que celle de la matrice de ciment. Au contraire, dans la partie la plus éloignée, de 10 μm à 50 μm , la porosité est plus faible que la matrice de ciment. En fait, la quantité d'eau de ressuage est plus importante à la surface des granulats et diminue quand on s'en éloigne. La capacité d'absorption d'eau

des granulats entraîne un mouvement d'eau de la pâte vers les granulats. Cependant, l'eau en excès reste dans les 10 premiers microns à la surface des granulats, au-delà, le rapport E/C devient plus faible que celui de gâchage. Cet effet est observé jusqu'à 50 μm de la surface des granulats. La diminution de la porosité dépend de la capacité d'absorption d'eau des granulats. Les granulats à l'état sec absorbent plus d'eau que ceux à l'état humide, la porosité de l'ITZ dans le cas de granulats à l'état sec est donc plus faible que celle à l'état humide [72].

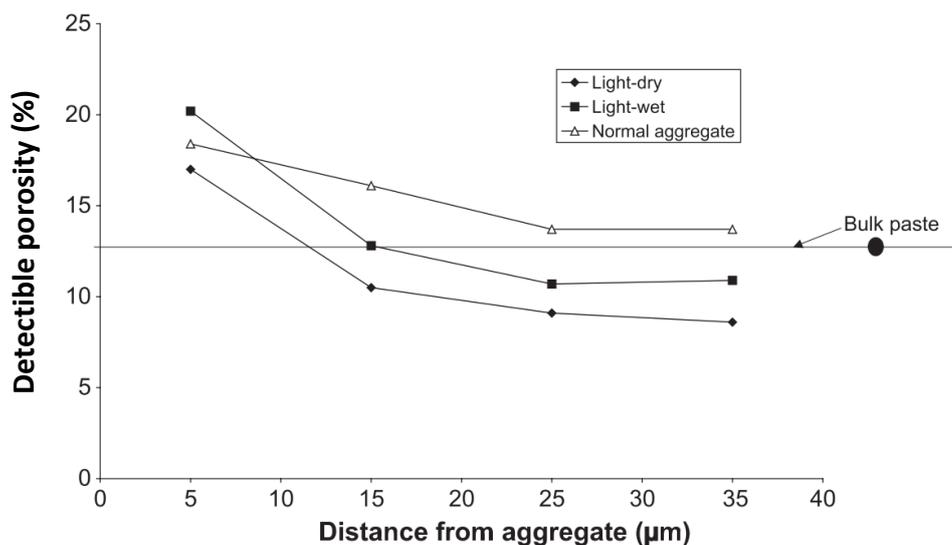
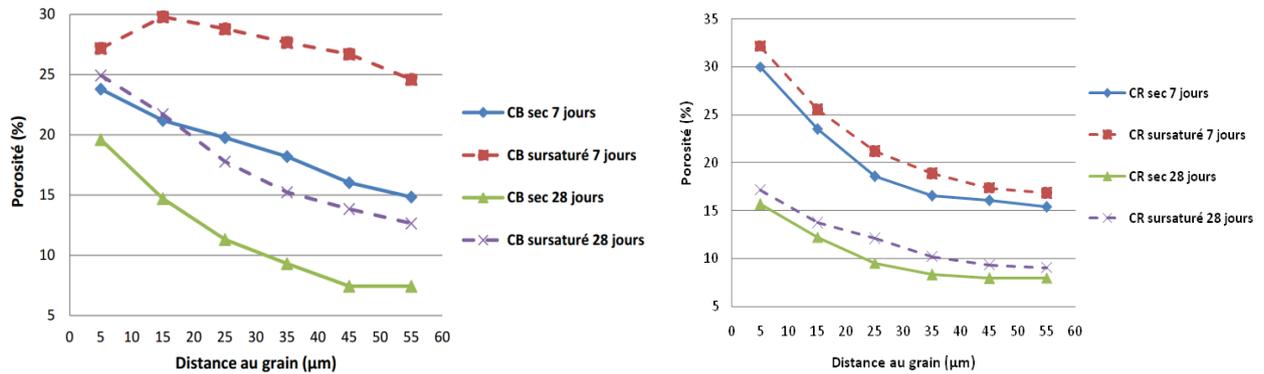


Figure 16 : Variation de la porosité détectable de l'ITZ en fonction de la distance au granulat pour des mortiers de granulats légers ($E_{eff}/C=0.55$) à 7 jours [72]

I-4.3.3 Cas des granulats naturels poreux

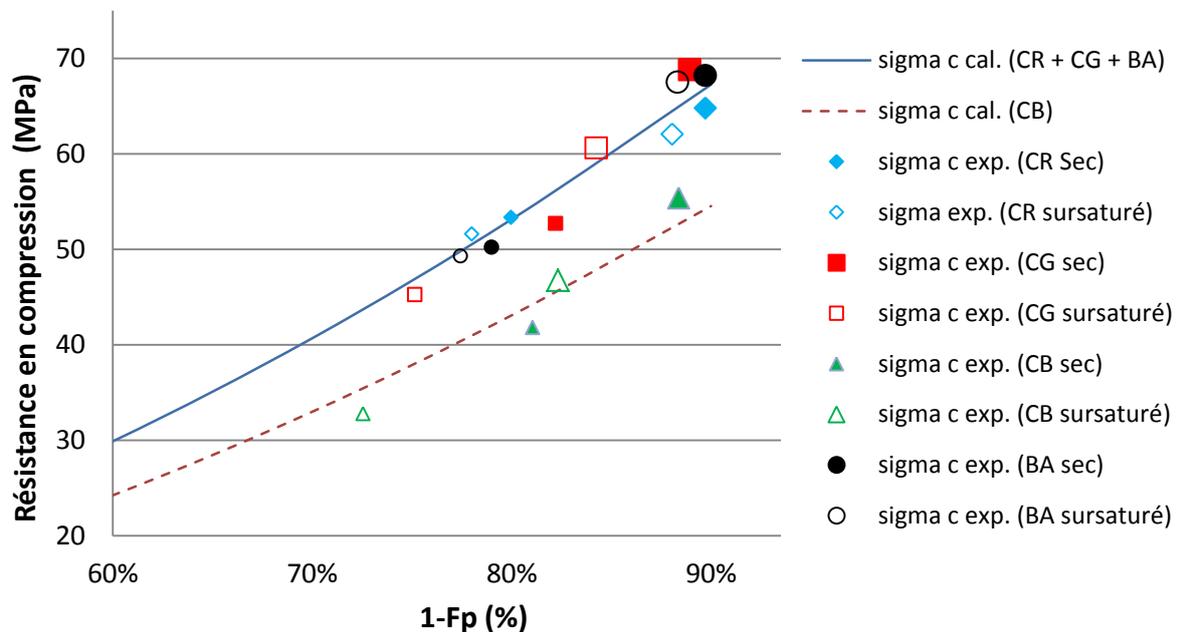
Une étude sur l'influence de l'état de saturation des granulats poreux et non-poreux sur la microstructure des mortiers a également été réalisée par Nguyen [71]. Il a confirmé que la porosité de l'ITZ dans le cas de granulats secs était plus faible que celle de granulats à l'état humide (Figure 17). Il a également établi une relation entre les propriétés mécaniques et la microstructure de l'ITZ des mortiers en utilisant la relation de Féret (voir Figure 18). L'influence de l'état de saturation des granulats utilisés sur les propriétés de l'ITZ, notamment la méso-porosité, est importante dans le cas des granulats très poreux ($WA_{24h} = 9,2\%$) et moins importante dans le cas des granulats de faible porosité (WA_{24h} de 0,9 à 2,8%).

I-4 Propriétés des bétons et mortiers contenant des GBR



CB : granulat de calcaire beige (poreux) ; CR : granulat de calcaire rose (faible porosité)

Figure 17 : Porosité de l'ITZ de mortiers à base de sable de calcaire beige CB ($WA_{24h} = 9.2\%$) et de calcaire rose CR ($WA_{24h} = 0.9\%$) à 7 jours et 28 jours [71]



F_p : porosité moyenne de l'ITZ

Figure 18 : Relation entre la porosité de l'ITZ et la résistance en compression des mortiers des différents types de granulats [71]

I-4.3.4 ITZ dans le cas de formulations contenant des GBR

Les granulats du béton recyclés (GBR) sont composés d'un mélange intime de granulats naturels et de pâte de ciment durcie. Il existe donc dans le béton à base de GBR trois types d'ITZ : une ancienne ITZ entre ancienne pâte de ciment et granulats naturels; une nouvelle ITZ entre nouvelle pâte et ancienne pâte ; et une ITZ entre granulat naturel et nouvelle pâte de ciment (Figure 19).

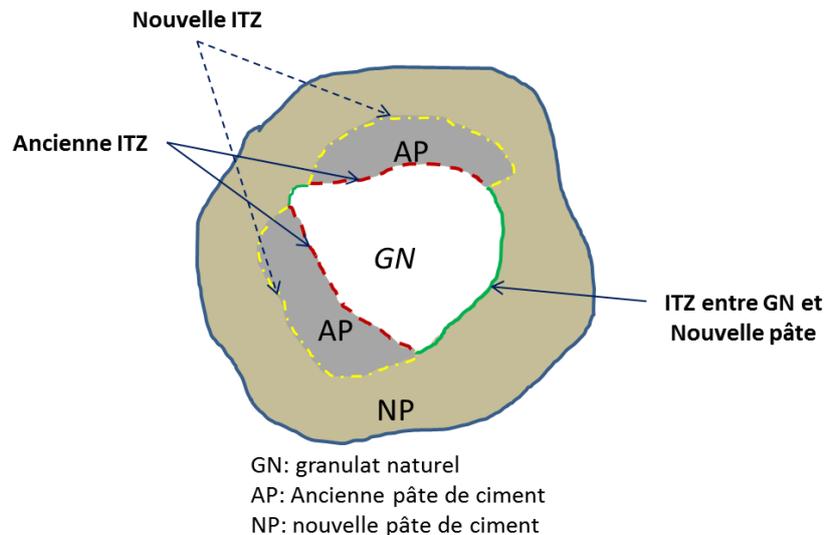


Figure 19 : Illustration des différentes ITZ dans les bétons ou les mortiers contenant des GBR

Selon les auteurs, la partie faible dans le béton se situe en différents endroits. Cette partie faible peut correspondre à la nouvelle ITZ entre le GBR et la nouvelle pâte. Du et al.[73] ont montré par les essais d'indentation que la résistance de l'ancienne pâte de ciment dans le GBR est plus importante que celle de l'ancienne ITZ, mais le point le plus faible dans le béton à base de GBR est la nouvelle ITZ. Rasheeduzzafar et Khan [74] et Xiao et al [75] ont conclu que le point le plus faible dans le béton de GBR dépend de la résistance relative entre ancien et nouveau mortier ou la qualité relative entre ancienne et nouvelle ITZ. Si la résistance de la nouvelle ITZ est moins importante que celle de l'ancienne pâte, les premières fissures apparaissent dans la nouvelle ITZ. En revanche si la résistance de la nouvelle ITZ est plus importante que celle de l'ancienne pâte, les fissures apparaissent principalement dans l'ancienne ITZ [75].

Selon [76] [77], le point le plus faible dans le béton ou le mortier contenant des GBR serait le mortier adhérent cas il est très poreux et a beaucoup de microfissures.

Cependant, Nagataki et al. [11] ont montré que la qualité du mortier adhérent n'est pas le paramètre principal pour déterminer la qualité des GBR. La procédure de concassage influence également la qualité des GBR. Ils ont montré que les propriétés des GBR au niveau 1 étaient meilleures qu'au niveau 3 dans le processus de fabrication des GBR.

En utilisant des granulats à différent état de saturation, la nouvelle ITZ pourrait être modifiée. Selon Tam et al. [77] la qualité de la nouvelle ITZ est amélioré en utilisant les granulats à l'état humide (pré-saturation les granulats avec la moitié quantité d'eau totale

pendant 60s avant d'ajouter le ciment (voir Figure 20). La Figure 21 montre une comparaison de deux nouvelle ITZ après deux procédures de fabrication différente. On constate que, en utilisant les granulats à l'état humide, la nouvelle ITZ présente moins de porosité que celle des granulats à l'état sec.

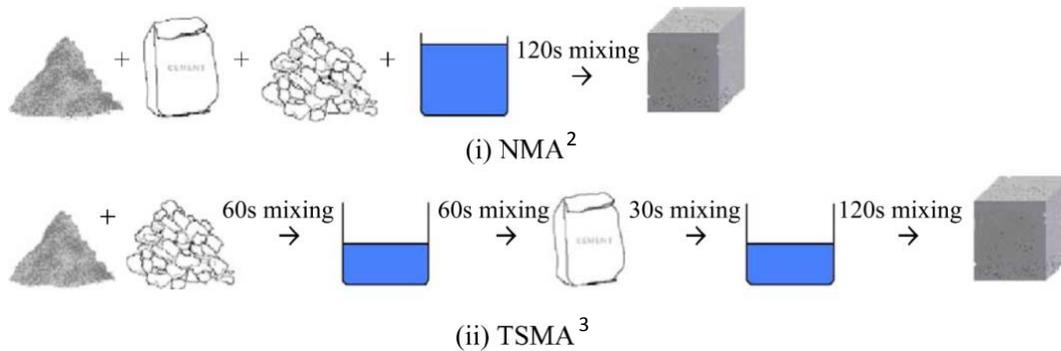
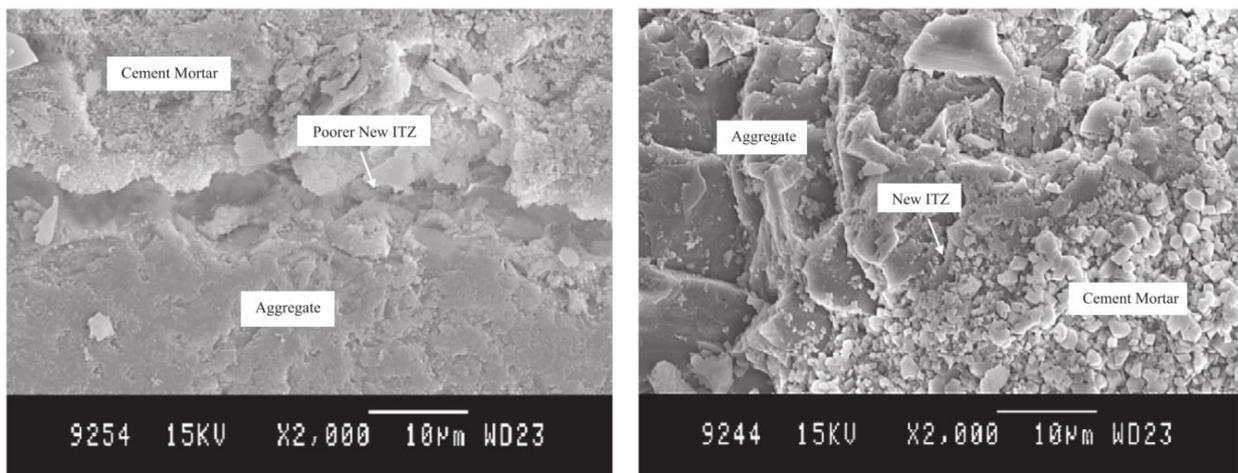


Figure 20 : procédure de malaxage traditionnel(NMA²) et nouvelle technique (TSMA³) selon [77]



Nouvelle ITZ en utilisant la méthode traditionnelle pour fabrication (NMA²)

Nouvelle ITZ en utilisant la nouvelle technique de fabrication (TSMA³)

Figure 21 : Comparaison des nouvelles ITZ en utilisant différentes méthodes de fabrication du béton [77]

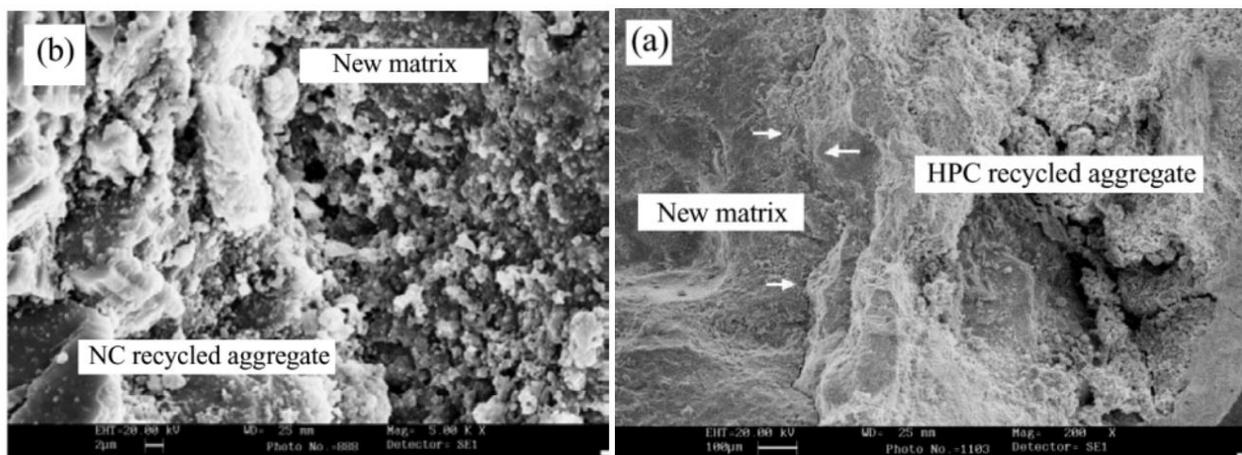
Récemment, une comparaison des ITZ de deux mortiers avec des sables utilisés dans deux états hydriques (sec et sursaturé) avec la même rapport E_{eff}/C a été réalisée par Zhao [3]. La nouvelle ITZ dans les cas de mortier de granulat sursaturé est visible contrairement au cas du mortier de granulat sec. Les propriétés de l'ITZ sont améliorées par l'eau d'absorption des granulats. Ainsi, la résistance en compression des mortiers à base de sable recyclé sec est

² Normal mixing approach

³ Two-stage mixing approach

plus importante que celle des mortiers à base de sable recyclé sursaturé du fait d'une zone de transition de moins bonne qualité dans le cas du mortier à base du sable recyclé sursaturé [3].

Dans un cas particulier, Poon et al. [78] ont comparé l'influence de différents types de GBR sur la microstructure de l'ITZ. Ils ont utilisé un granulats recyclés de béton ordinaire (NC) et un granulats recyclés de béton à haute performance fabriqué avec la fumée de silice (HPC). Le coefficient d'absorption d'eau est de $WA_{24h}(NC) = 8.8\%$ et 7.9% et $WA_{24h}(HPC) = 6.8\%$ et 6.5% respectivement pour taille des particules de 10mm et 20mm. En comparant les deux ITZ, Figure 22, on peut constater une zone très poreuse dans le cas des GBR de béton ordinaire par rapport à celle de GBR de béton haute performance. Cette différence peut être attribuée à la différence de la porosité entre les deux granulats. L'ancienne pâte de ciment dans le cas de béton ordinaire est plus poreuse et plus absorbant que celle de béton à haute performance. Cela conduit un rapport E/C initial plus important dans le cas du béton contenant des GBR de béton ordinaire, l'ITZ dans ce cas-là est donc plus poreuse [78].



ITZ entre GBR béton ordinaire et nouvelle pâte de ciment (NC : normal-strength)

ITZ entre GBR béton haut performance et nouvelle pâte de ciment (HPC : high performance concrete)

Figure 22 : Comparaison des nouvelles ITZ en utilisant des différents type de GBR [78]

Globalement, l'influence des propriétés de l'ITZ sur les propriétés de béton ou mortier est bien montrée dans la littérature. La microstructure des bétons, des mortiers contenant des GBR a été étudié mais les études restent de plus généralement qualitatives. En plus, dans les études précédentes, l'état de saturation des GBR n'est pas bien précisé. Il semble pourtant jouer un rôle important sur la microstructure de l'ITZ.

I-5. Conclusions et objectifs de la recherche

Dans les prochaines années, nous aurons d'une part, une importante croissance de la quantité de déchets de C&D, en raison du nombre important d'ouvrages en fin de vie. D'autre part, le coût de mise en décharge de ces déchets est de plus en plus important. Par ailleurs, la protection de ressources naturelles et notamment en granulats, amène à considérer de plus en plus l'utilisation des granulats recyclés dans le domaine du génie civil. Actuellement, les granulats recyclés de type C&D sont majoritairement utilisés dans la construction des routes. On compte, en France, très peu d'applications pour les bétons hydrauliques pour des raisons économique, technique et psychologique. Toutefois, dans le contexte du développement durable, il y a nécessité d'augmenter le taux de recyclage.

Les GBR sont très hétérogènes du fait de la diversité des formulations employées dans la construction et des techniques de déconstruction. La présence de pâte de ciment adhérente conduit à une porosité plus importante et une densité plus faible que dans le cas des granulats naturels. Elle conduit également à une absorption d'eau plus importante. On attribue généralement les plus faibles propriétés mécaniques des GBR à la qualité et à la quantité de la pâte de ciment adhérente.

Différentes méthodes d'évaluation de la teneur en mortier adhérent ont été proposées. En revanche, aucune n'est satisfaisante pour déterminer la teneur en pâte de ciment adhérente. Il existe dans la littérature des résultats contradictoires sur la relation entre la teneur en mortier ou en pâte de ciment adhérente et la taille des particules. La majorité des études montre une augmentation de l'absorption d'eau avec la teneur en mortier adhérent.

Il n'existe, jusqu'à maintenant, aucune méthode normalisée d'évaluation de l'absorption d'eau spécifique aux GBR. Les différentes méthodes de mesure de l'absorption d'eau des gravillons naturels semblent applicables aux gravillons recyclés. En revanche, l'application des méthodes de mesure dédiées aux sables naturels semble difficile pour les sables recyclés.

L'influence des GBR sur les propriétés à l'état frais et durci des bétons est mise en évidence dans plusieurs travaux bien que l'hétérogénéité du matériau GBR ne permette de dégager qu'une tendance plutôt qu'une règle générale. De plus, il est parfois difficile de bien

juger une étude par manque d'informations concernant la partie expérimentale (par exemple, le degré de saturation des granulats). Ainsi les propriétés (affaissement, résistance à la compression) du béton, et mortier diminuent lorsque le taux de substitution des GBR augmente.

L'état de saturation des granulats (inférieur à SSS, sec ou sursaturé) semble jouer un rôle important sur la maniabilité des bétons et des mortiers. L'utilisation de GBR dans des états de saturation différents pourrait expliquer certains résultats contradictoires recensés dans la littérature. Il faut donc être prudent lors de la préparation des GBR, en particulier dans l'utilisation des fines de GBR qui possèdent une absorption d'eau élevée. Pour cela, la connaissance de l'absorption d'eau des GBR et de leur état de saturation initial paraît nécessaire pour interpréter correctement les résultats.

L'influence des propriétés de l'ITZ sur la résistance en compression a été mise en évidence. La qualité de l'ITZ dépend de plusieurs paramètres (la qualité de la surface, l'état de saturation des granulats, l'absorption d'eau,...). Cependant, l'état de saturation des granulats n'est pas toujours bien précisé dans les études précédentes, il semble pourtant jouer un rôle important sur la microstructure de l'ITZ. Les travaux précédents restent de plus généralement qualitatifs et l'influence des GBR sur la distribution de porosité dans l'ITZ n'a été que peu étudiée.

Ce travail s'inscrit dans le tâche 1 « *Eau et Matériaux recyclés* » du projet ANR EcoReb (Ecoconstruction par le Recyclage du Béton) [79] dont l'objectif est d'étudier l'influence du degré de saturation et de l'absorption des granulats recyclés sur les propriétés des bétons recyclés frais et durcissant. L'objectif principal de ce travail est d'étudier le lien entre état de saturation initial du sable recyclé et comportement à l'état frais et durcissant des mortiers. Dans un premier temps, on s'intéresse à l'influence du sable recyclé sur la maniabilité. On cherche notamment à préciser les rôles respectifs de la forme, de l'absorption d'eau et de l'état de saturation initial des sables recyclés sur le comportement à l'état frais des mortiers. Dans un second temps, on cherche à étudier l'influence de l'état de saturation initial des sables recyclés sur la microstructure de l'ITZ puis à relier cette dernière aux propriétés mécaniques des mortiers.

Pour atteindre ces objectifs, la démarche est la suivante :

Tout d'abord, nous avons caractérisé les matériaux et comparé la granulométrie, la minéralogie et la morphologie du sable recyclé et du sable naturel. La teneur en pâte de ciment adhérente est un des paramètres importants pour évaluer les propriétés du sable recyclé. La connaissance du coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé est également nécessaire afin d'établir la formulation du mortier pour la suite du travail. Plusieurs méthodes (normalisée et non-normalisée) sont ainsi utilisées afin de les comparer et de trouver une valeur pertinente de l'absorption d'eau du sable recyclé.

L'absorption d'eau du sable recyclé déterminée, l'étude de l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur la maniabilité des mortiers a été effectuée. Nous avons comparé la maniabilité des mortiers contenant du sable naturel et recyclé à deux états de saturation initiaux (sec et sursaturé). L'influence de granulométrie du sable recyclé sur la maniabilité du mortier est ensuite abordée. La dernière partie vise à étudier l'influence de l'état de saturation initial du sable recyclé, du mode de pré-saturation et du temps de pré-saturation sur la maniabilité du mortier et le lien entre l'absorption d'eau et la maniabilité.

Le comportement à l'état durci des mortiers contenant du sable recyclé est ensuite étudié. Afin de trouver l'influence de l'état de saturation des granulats sur le comportement à l'état durci, les sables sont utilisés dans deux états hydriques : sec et sursaturé. Une étude de l'effet plafond du sable recyclé est présentée tout d'abord afin de regarder l'effet de la limitation du sable recyclé sur la résistance des mortiers. Puis, l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur la microstructure du mortier, en particulier la porosité de la nouvelle zone d'interface, est explorée en utilisant la technique d'analyse d'images. la microstructure est étudiée à plusieurs échéances, l'hydratation des échantillons est donc arrêtée à 2 et 28 jours. Enfin, grâce à la technique d'indentation sous MEB, les propriétés mécaniques des différentes phases du mortier contenant du sable recyclé (nouvelle pâte de ciment, ancienne pâte de ciment et granulat naturel) sont caractérisées.

La Figure 23 résume la démarche de notre travail.

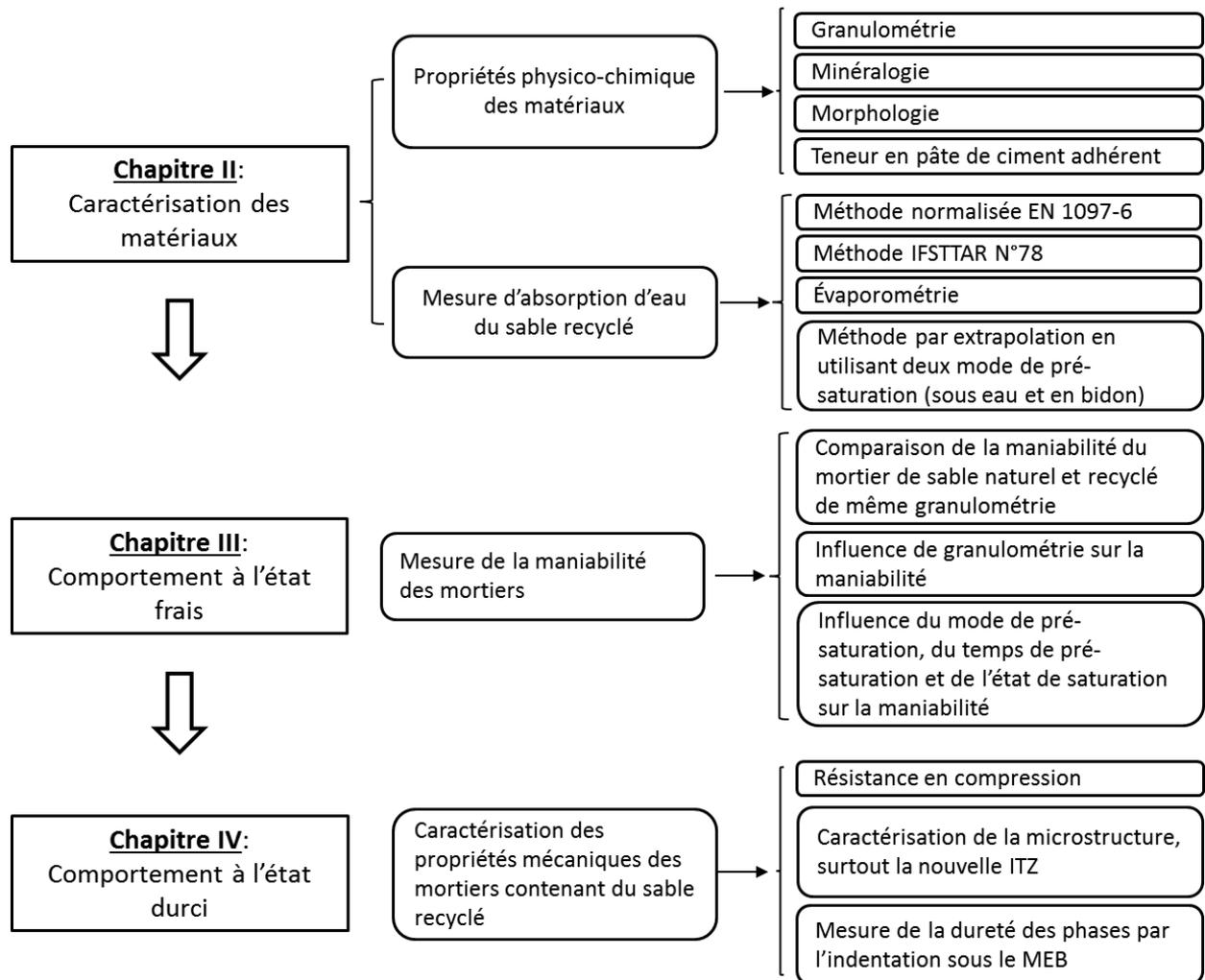
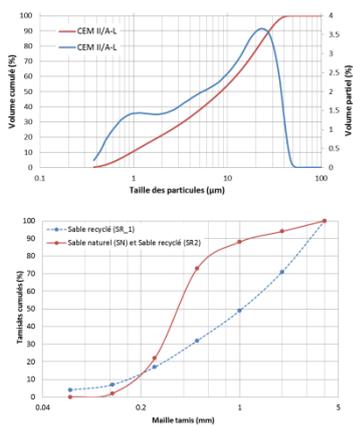


Figure 23 : Démarche de l'étude

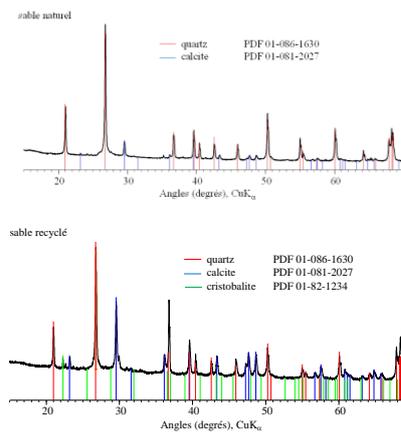
Chapitre II Caractérisation des matériaux

Ce second chapitre est consacré à la caractérisation des matériaux utilisés dans cette étude. Dans un premier temps, les propriétés physiques des matériaux (ciment, sables) sont caractérisées (granulométrie, minéralogie, morphologie des particules,...). Ensuite, la teneur en pâte de ciment adhérente du sable recyclé est évaluée par deux méthodes : chimique et thermique. Enfin, l'absorption d'eau du sable recyclé est déterminée à partir des méthodes normalisées EN 1097-6, et non-normalisées (IFSTAR N°78, évaporométrie, extrapolation) enfin de les comparer de de trouver la méthode la plus pertinente.

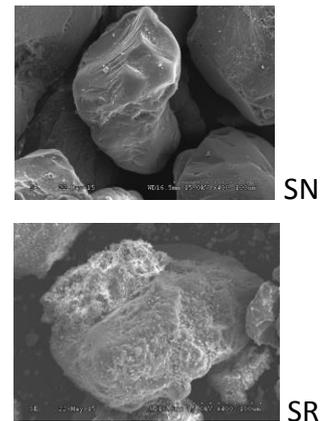
Granulométrie



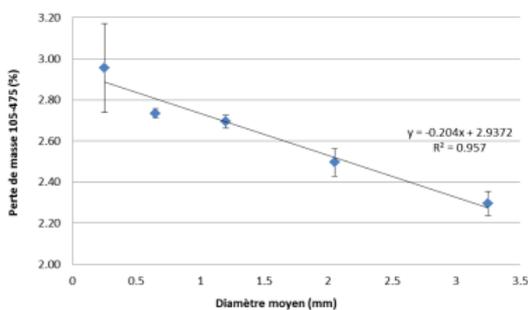
Minéralogie



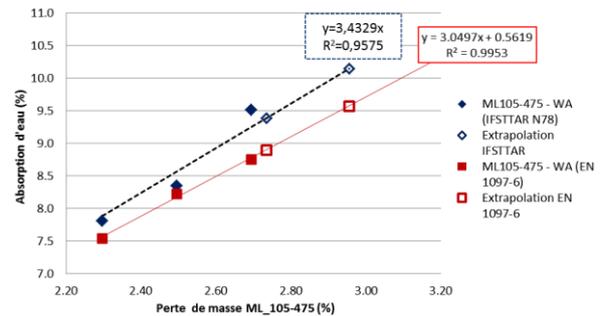
Morphologie



Teneur en pâte de ciment adhérente



Absorption d'eau



Sommaire

II-1.	INTRODUCTION	45
II-2.	METHODES EXPERIMENTALES.....	45
II-2.1.	<i>Analyse par diffraction des rayons X (DRX)</i>	45
II-2.2.	<i>Granulométrie laser</i>	45
II-2.3.	<i>Microscopie électronique à balayage (MEB)</i>	45
II-2.3.1	Prélèvement des échantillons.....	46
II-2.3.2	Arrêt de l'hydratation des mortiers.....	46
II-2.3.3	Imprégnation de la résine époxy	47
II-2.3.4	Polissage de l'échantillon.....	47
II-2.3.5	Mise en liaison conductrice et métallisation	48
II-2.3.6	Observation des échantillons au MEB	49
II-3.	MATERIAUX.....	50
II-3.1.	<i>Ciment</i>	50
II-3.2.	<i>Sables</i>	51
II-3.2.1	Granulométrie.....	51
II-3.2.2	Étude minéralogique.....	53
II-3.2.3	Étude morphologique	54
II-3.3.	<i>Détermination de la teneur en pâte de ciment adhérente</i>	58
II-3.3.1	Traitement chimique.....	58
II-3.3.2	Méthode thermique – Perte de masse au four de 105°C à 475°C.....	62
II-3.3.3	Conclusions	64
II-3.4.	<i>Mesure d'absorption d'eau du sable recyclé</i>	64
II-3.4.1	Introduction	64
II-3.4.2	Méthode normalisée EN 1097-6.....	65
II-3.4.3	Méthode IFSTTAR N°78.....	65
II-3.4.4	Évaporométrie	66
II-3.4.5	Méthode par extrapolation	69
II-3.4.6	Conclusions	73
II-4.	CONCLUSIONS.....	74

II-1. Introduction

L'objectif principal de ce chapitre est d'une part de présenter les différents matériaux utilisés dans la thèse et d'autre part de caractériser le plus précisément possible le sable recyclé. On cherche notamment à quantifier la teneur en pâte de ciment adhérente du sable recyclé puis à déterminer son coefficient d'absorption d'eau à 24 heures par les différents protocoles expérimentaux proposés dans la littérature.

II-2. Méthodes expérimentales

II-2.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est réalisée sur un diffractomètre BRUKER Advance D8 dans une configuration θ - θ en utilisant la radiation $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.54\text{\AA}$) avec une fente de divergence fixe de 0.3° et une rotation de l'échantillon. Le diffractogramme est enregistré entre 10° et 70° avec le détecteur VANTEC-1. Les analyses sont effectuées avec le logiciel X'Pert High Score Plus (version 2.1).

II-2.2. Granulométrie laser

La granulométrie du ciment est mesurée par le granulomètre laser LS13320 de Beckman Coulter. L'échantillon est dispersé dans l'isopropanol dans une cellule de 12ml.

II-2.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage environnemental Quanta 200 Feg (FEI COMANY, Figure 24a) est utilisé pour prendre les images pour l'analyse de la microstructure.



Figure 24 : Microscopie électronique à balayage au C2MA (École des mines d'Alès) (a) et au département GCE (École des Mines de Douai) (b)

Pour les observations de la morphologie des sables et l'essai indentation, au Département GCE – Ecole des Mines de Douai, le MEB utilisé est de type HITACHI S-4300SE/N (Figure 24 b).

La préparation des échantillons pour l'étude de la morphologie des sables, l'analyse de la microstructure et l'essai d'indentation nécessite ces différentes étapes :

II-2.3.1 Prélèvement des échantillons

L'étude de la morphologie des sables est réalisée sur un épandage de grains de sable sur un ruban de scotch de 1 cm de diamètre. Ces échantillons sont passés directement à l'étape de métallisation.

Pour les mortiers, les dimensions des échantillons sont de l'ordre de 1 à 2 cm maximum afin de pouvoir être introduits dans la chambre du MEB. Nous avons des tailles d'échantillons de $1 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$ et de $1 \times 1.5 \times 1.5 \text{ cm}^3$ dans le cas des essais d'indentation. Ces échantillons sont prélevés au cœur des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ (Figure 25).

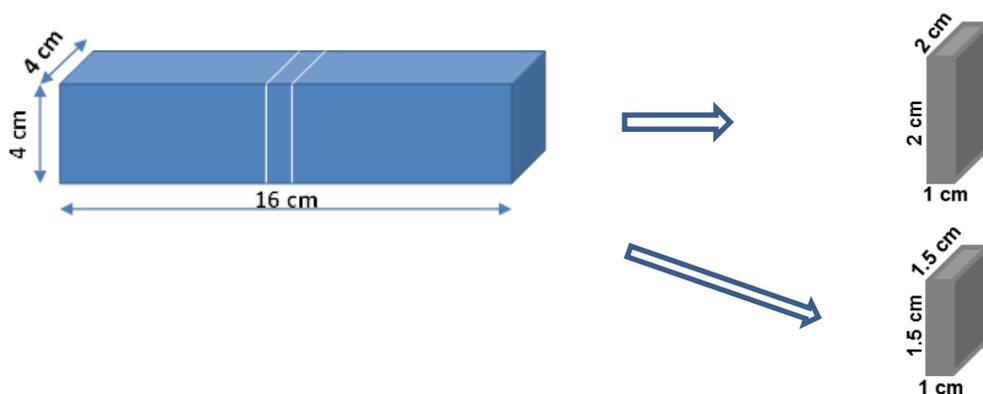


Figure 25 : Schéma de prélèvement d'échantillon pour l'analyse de la microstructure et l'essai d'indentation

II-2.3.2 Arrêt de l'hydratation des mortiers

Il existe plusieurs méthodes pour arrêter l'hydratation du ciment afin de fixer l'état de la microstructure à un moment que l'on souhaite observer. L'évacuation de l'eau de l'échantillon est nécessaire afin d'arrêter l'hydratation et d'éviter de mélanger l'eau et la résine époxy [80], [81]. Il existe deux méthodes principales pour arrêter l'hydratation et enlever l'eau : séchage direct (extraction d'eau par évaporation ou sublimation) et l'utilisation d'un solvant d'échange [82].

II-2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

On utilise souvent, dans la méthode de séchage direct, la chaleur ou l'azote liquide pour enlever l'eau dans les pores de l'éprouvette. Cependant, l'inconvénient de ces méthodes est l'apparition de microfissuration dans la matrice de ciment que l'on souhaite éviter. Donc, nous avons choisi d'utiliser un solvant d'échange (*propanol-2*) dans lequel on immerge les échantillons afin de remplacer l'eau libre dans les pores par le solvant.

La procédure commence par une immersion complète de l'échantillon dans le propanol-2 pendant une semaine pour s'assurer que toute l'eau dans les pores est remplacée par le solvant. Ensuite, les échantillons sont placés sous vide pour éliminer le propanol-2, puis conservés dans un dessiccateur avec du gel de silice pour éviter toute humidification. Cette méthode est appliquée à tous les échantillons après 2 jours et 28 jours d'hydratation pour les observations au MEB et les essais d'indentation sous MEB.

II-2.3.3 Imprégnation de la résine époxy

L'objectif de cette préparation est de :

- Remplir les vides et soutenir la microstructure de l'échantillon afin d'éviter tout retrait et artefacts pendant la préparation des échantillons [71].
- Améliorer le contraste entre les différentes phases de la matrice : pores, produits d'hydratation et anhydres [80], [83], [84].

Après arrêt de l'hydratation dans l'isopropanol-2, les échantillons sont placés dans des moules cylindriques en plastique (D=4 cm et H=2 cm pour le MEB et D=2 cm et H=1.5 cm pour l'essai d'indentation), puis ces moules sont remplis de résine époxy.

La résine utilisée est une résine époxy de GeoFix. C'est une résine d'enrobage à faible viscosité dont le temps de prise est relativement long (24 heures à 20°C). Les proportions des deux composants de la résine, un durcisseur et une résine, sont mesurées avec soin (rapport volumique durcisseur/résine = 1/3). Ces composants sont mélangés soigneusement et versés sur l'échantillon dans le moule. Les composants de la résine époxy polymérisent ensuite, provoquant son durcissement.

II-2.3.4 Polissage de l'échantillon

Une fois la résine durcie, les échantillons sont démoulés et polis. Cette partie se divise en 2 étapes : un polissage grossier et un polissage fin.

- Polissage grossier

L'objectif de cette opération est de faire disparaître la rugosité de surface pour obtenir une surface plane avec un minimum de défauts superficiels. La surface de l'échantillon est polie au moyen de papiers abrasifs de carbure de silicium SiC de finesse croissante (Grit 80, Grit 220; Grit 600 et Grit 1200, respectivement 201, 68, 25.8 ± 1 et $10.3 \pm 0.8 \mu\text{m}$) afin d'enlever la couche de résine et d'obtenir une section parfaitement plane.

Le polissage est effectué automatiquement à l'aide d'une polisseuse, à 80 tours/minute, en appliquant une charge de 15 N et 3 minutes pour chaque type de papier abrasif. Le lubrifiant utilisé dans toutes les étapes de polissage est à base d'alcool.

- Polissage fin

L'objectif du polissage fin est d'obtenir une surface de l'échantillon lisse et brillante, sans rayure ni déformation à l'aide de particules abrasives de plus en plus fines. Il s'agit de pâtes diamantées de finesse 6; 3; 1 et $0.25 \mu\text{m}$. Le polissage est automatique avec une vitesse de 80 tours/minute, une charge de 10 N pendant 30 minutes sur disque tissé pour le 6 microns (pâte diamantée) et sur disques feutrés pour les 3, 1 et 0.25 microns (spray diamantés).

II-2.3.5 Mise en liaison conductrice et métallisation

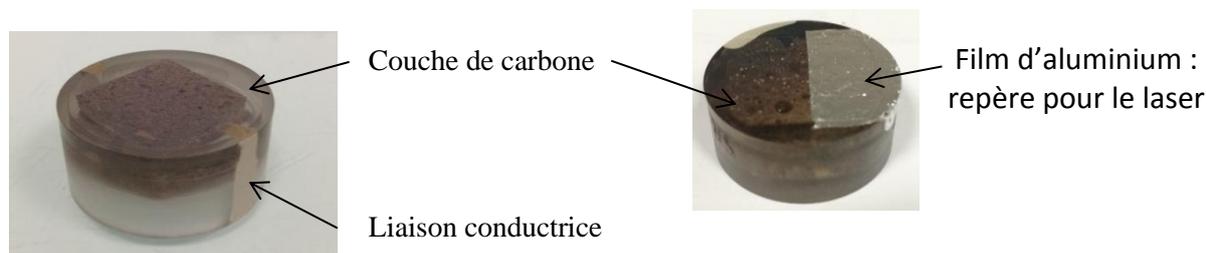
Il est nécessaire de créer un pontage entre la surface d'observation de l'échantillon et le support de la chambre du MEB pour assurer une liaison conductrice. Ce pontage est créé par de la laque d'argent qui relie les deux surfaces en haut et en bas de l'échantillon.

Avant introduction dans la chambre du MEB, il est nécessaire de recouvrir les échantillons par une couche fine de carbone ou de métal [71], [84], [85]. L'objectif de cette étape est d'assurer que la surface des échantillons soit conductrice permettant l'écoulement des électrons en excès. On peut ainsi éviter l'accumulation de charges électriques dans l'échantillon qui perturbe la qualité de l'image.

Dans nos travaux, l'évaporation de carbone a été choisie pour métalliser les échantillons. Cette méthode consiste à évaporer du carbone (dégazage de C) d'un filament chauffé dans un vide poussé. Les atomes de carbone vont se déposer sur l'échantillon, et former une couche de 10 à 30 nanomètres.

II-2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Pour l'échantillon de l'essai d'indentation, un film adhésif d'aluminium est ajouté sur une partie de la surface de l'échantillon pour le repère du laser (Figure 26 b).



a) Echantillon pour le MEB

b) Echantillon pour l'essai d'indentation

Figure 26 : Echantillon après polissage, mise en liaison conductrice et métallisation

II-2.3.6 Observation des échantillons au MEB

II-2.3.6.1 Mise en condition de travail

L'échantillon est introduit dans la chambre du MEB en mettant un mode haut-vide pour éviter les perturbations. La distance analytique utilisée est de 10 mm. C'est la distance entre l'axe du faisceau d'électrons primaires et l'axe du système de microanalyse convergeant sur l'échantillon.

Ensuite, une tension d'accélération des électrons appropriée est choisie et adaptée à la composition du matériau utilisé. Il est possible de choisir une tension de 0,2kV à 30kV pour les MEB les plus modernes. Une tension plus élevée donne un contraste plus fort, cependant elle peut conduire à une augmentation de la charge de surface de l'échantillon et par conséquent atténue la qualité des images. Pour les échantillons de matériau cimentaire ordinaire, une tension de 15 à 20kV est choisie [86].

Dans notre cas, nous avons choisi une tension de 15kV pour une observation optimale pour l'analyse des électrons secondaires et rétrodiffusés.

II-2.3.6.2 Acquisition des images MEB

Dans un premier temps, une vitesse de balayage rapide (1-10 images/ seconde) est utilisée pour les réglages (notamment contraste et brillance) et la sélection de la zone d'observation. Une fois la zone sélectionnée, on diminue la vitesse de balayage (1-2 images/ minute) pour la capture de l'image. Pour faciliter l'analyse automatique des images, celles-ci sont prises de sorte que le granulat soit sur la partie gauche de l'image [71].

Le MEB est utilisé en mode d'imagerie « diffraction d'électrons rétrodiffusés » (*Backscattered electrons*, BSE) pour les études sur sections polies et en mode secondaire (SE) pour les études de morphologies des particules. Ce mode d'observation permet d'obtenir un meilleur contraste entre les différentes phases dans le matériau cimentaire.

II-3. Matériaux

II-3.1. Ciment

Le ciment Portland CEM II/A-L 42,5N CE CP2 NF, venant de l'usine de production de Holcim à Rochefort (fiche technique en Annexe 1), est utilisé dans tous les essais. Les compositions chimiques et minéralogiques sont reportées dans le Tableau 8. La composition minéralogique a été déterminée par analyse Rietveld des diffractogrammes de rayons X [87]. Les diffractogrammes et la méthodologie sont présentés dans l'annexe 1. La composition élémentaire est issue de la fiche technique.

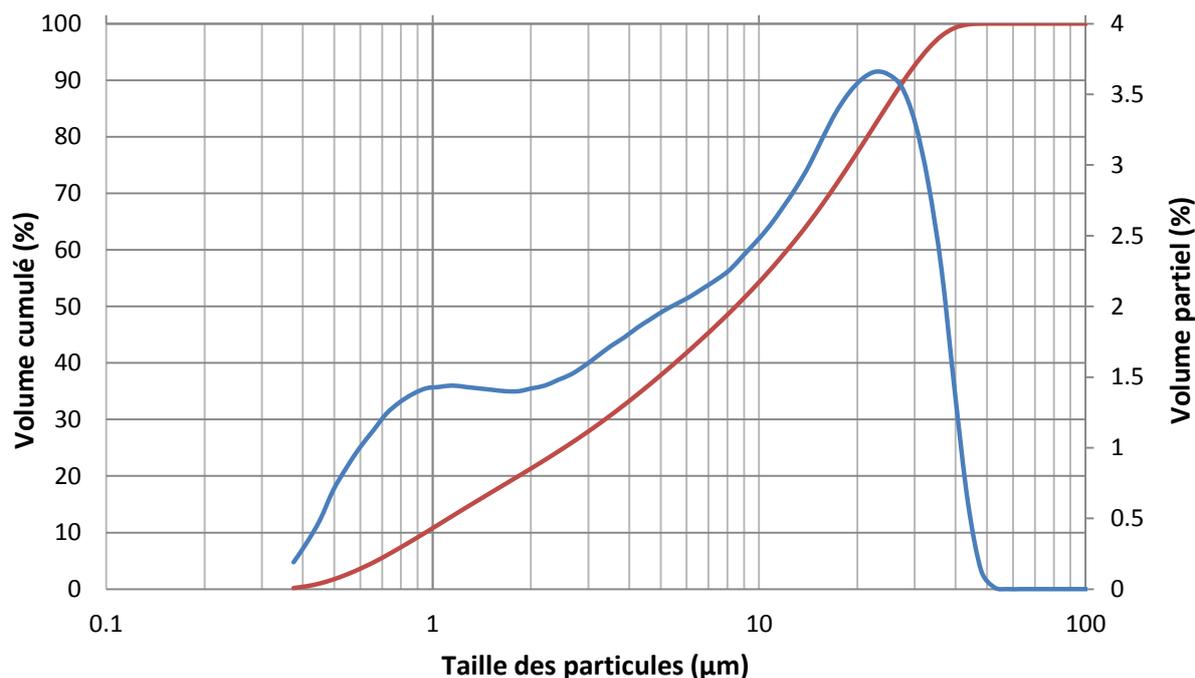


Figure 27 : Courbe granulométrique (passant partiel) du ciment CEM II/A-L

La Figure 27 présente la courbe granulométrique du ciment CEM II/A-L. On constate que la taille des particules varie entre 0.3 et 60 µm. Les diamètres d10, d50 et d90 sont respectivement 1µm, 8 µm et 30 µm.

Tableau 8 : Composition minéralogique et chimique du ciment Portland CEM II/A-L 42,5N

Analyse minéralogique			Analyse élémentaire	
	Notation cimentière	% m		% m
alite	C_3S	53.5	Na₂O	0.17
bélite	C_2S	12.8	MgO	1.3
ferrite	C_4AF	13.0	Al₂O₃	4.9
aluminat	C_3A	4.3	SiO₂	18.7
gypse	$C\bar{S}H_2$	3.6	SO₃	2.7
calcite		10.7	K₂O	0.68
dolomite		1.0	CaO	62.0
aphtitalite		1.1	Fe₂O₃	3.7

II-3.2. Sables

II-3.2.1 Granulométrie

Les sables utilisés dans cette étude sont les sables naturel et recyclé (0/4 mm) fournis par le projet national RecyBeton [88], notés respectivement SN et SR_1 par la suite. Le sable recyclé est issu d'une production effectuée sur la plateforme DLB (Dock de Limeil-Brévannes) de Gonesse (95). Le sable naturel est un sable semi-concassé silico-calcaire commercial de la carrière Lafarge de Sandrancourt (78) (Figure 30). La granulométrie des deux sables est présentée dans la Figure 28.

Pour comparer les mortiers contenant d'une part le sable naturel et d'autre part le sable recyclé, nous avons décidé de travailler avec une granulométrie du sable recyclé identique à celle du sable naturel. Le sable recyclé SR_1 est donc recomposé pour obtenir un sable recyclé de même granulométrie que le sable naturel (noté SR_2 dans la suite). Le sable recyclé est séché à 105°C jusqu'à obtenir une masse constante. Le tamisage est ensuite réalisé manuellement en utilisant les tamis successifs de 4 mm ; 2 mm ; 1 mm ; 0.5 mm ; 0.25 mm ; 0.125 mm et 0.063 mm. La fraction la plus grossière ($d > 4$ mm) et la fraction la plus fine ($d < 0.063$ mm) sont éliminées. Le sable recyclé est ensuite reconstitué, à partir des six fractions granulométriques, conformément à la granulométrie du sable naturel fourni. La quantité de sable à utiliser dans chaque gâchée est calculée afin d'obtenir le même volume

apparent de sable que dans le mortier de sable naturel. Il faut noter ici que la teneur en fines (fraction inférieure à 63µm) est nulle dans le sable recyclé SR_2, comme dans le sable naturel, contrairement au sable recyclé SR_1 qui contient environ 3.7% de fines.

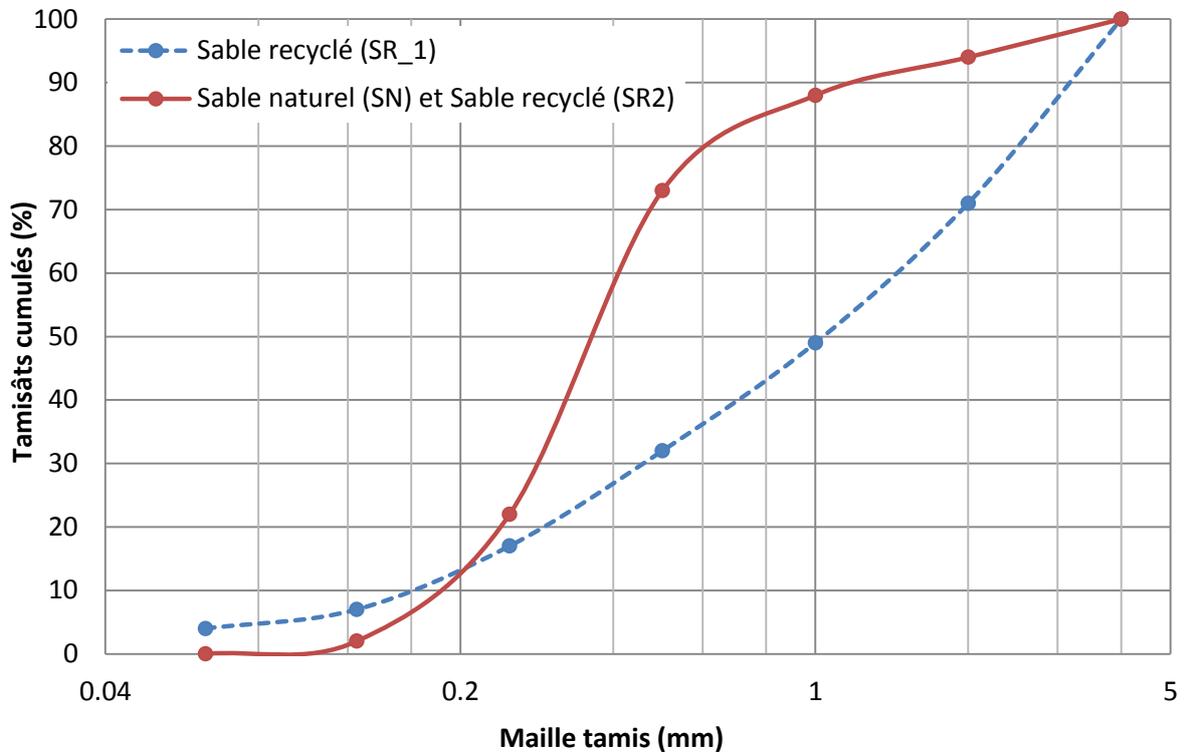
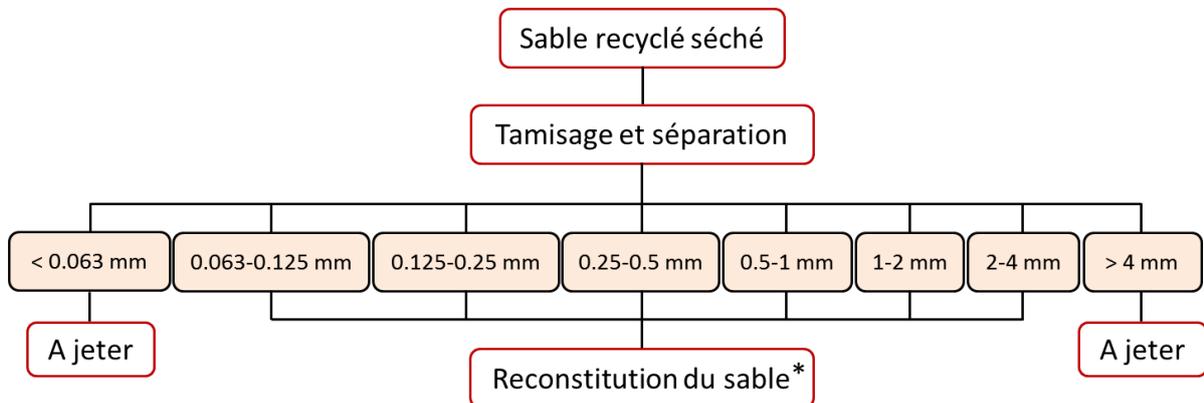


Figure 28 : Courbes granulométriques des sables



*: même courbe granulométrique au sable naturel

Figure 29 : Procédure de reconstitution du sable recyclé

Une fois la quantité de sable calculée, le sable reconstitué est mis en sacs plastiques étanches afin d'éviter son humidification.



Figure 30 : Sable naturel (SN) et sables recyclés (SR_1 et SR_2)

II-3.2.2 Étude minéralogique

II-3.2.2.1 Sable naturel (SN)

Le diffractogramme montre que le sable naturel est majoritairement constitué de quartz (SiO_2). Nous pouvons également observer la présence de calcite (CaCO_3) (Figure 31).

sable naturel

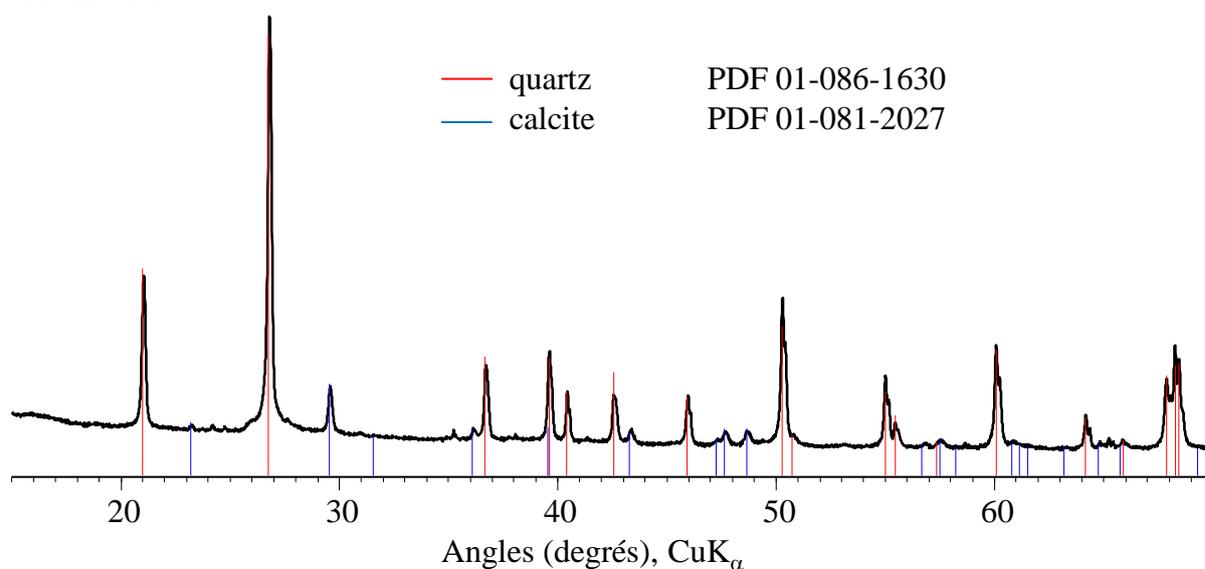


Figure 31 : Diffractogramme du sable naturel, 2θ (degrés) $\text{CuK}\alpha$.

II-3.2.2.2 Sable recyclé

La nature des deux sables recyclé SR_1 et SR_2 est identique. Les analyses sont donc réalisées sur le seul sable SR_1. L'analyse du sable recyclé est plus délicate de par son hétérogénéité. L'analyse par DRX nous montre principalement la présence de quartz et de calcite (Figure 32).

On peut constater l'hétérogénéité en sélectionnant par exemple une partie d'échantillon un peu plus sombre. Le diffractogramme est différent et montre la présence d'albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) en plus du quartz et de la calcite (voir Figure 33).

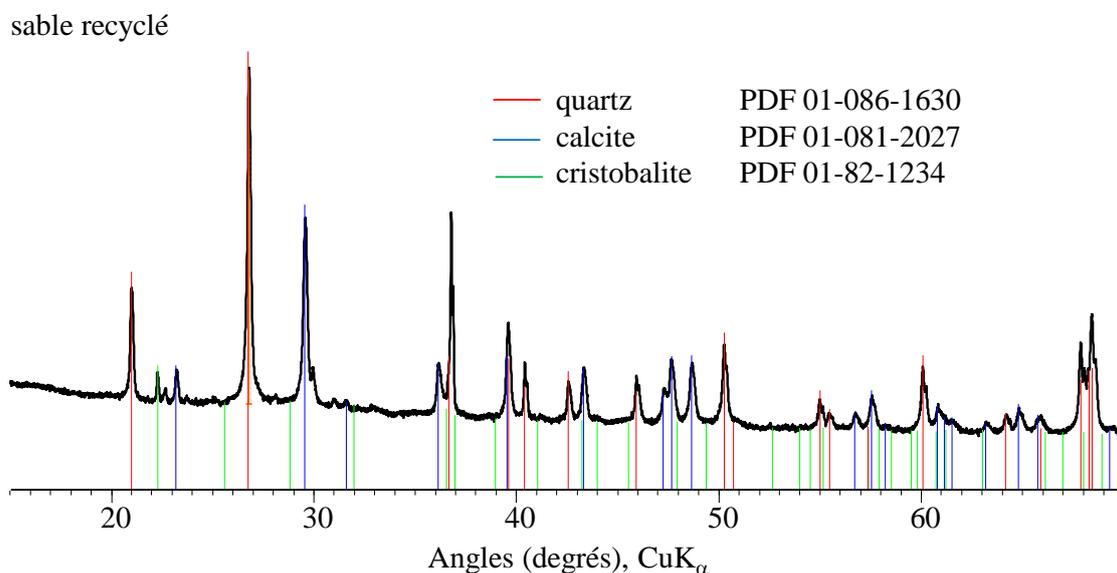


Figure 32 : Diffractogramme du sable recyclé (complet), 2θ (degrés) $\text{CuK}\alpha$.

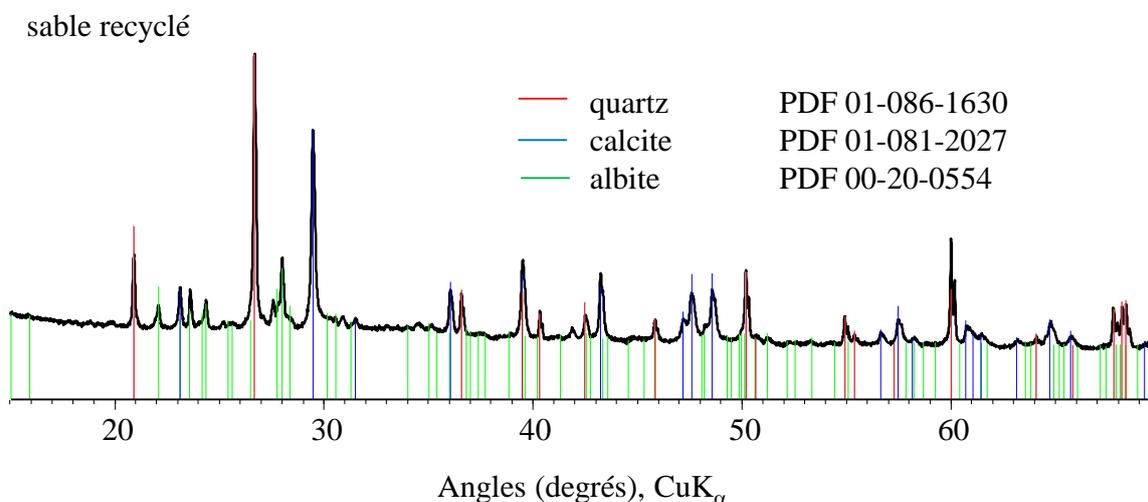
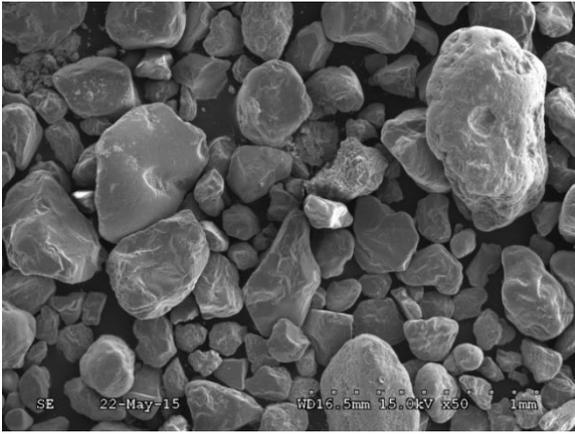


Figure 33 : Diffractogramme du sable recyclé (partie sombre), 2θ (degrés) $\text{CuK}\alpha$.

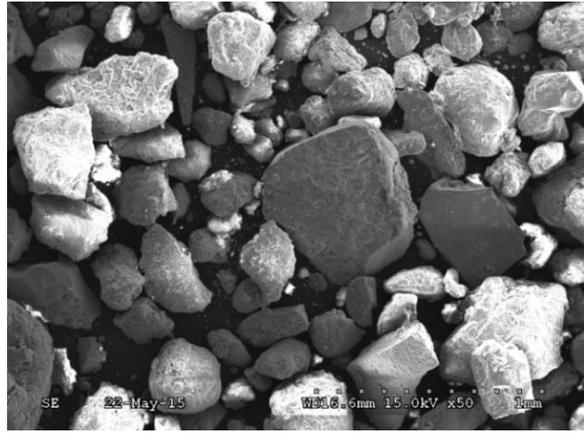
Nous n'avons pas pu mettre en évidence par cette technique la présence de pâte résiduelle, pourtant visible à l'œil nu, autour des granulats. Il est possible que cette pâte soit en faible quantité par rapport aux granulats naturels et essentiellement composée de phases amorphes aux DRX telles que le C-S-H ou le laitier.

II-3.2.3 Étude morphologique

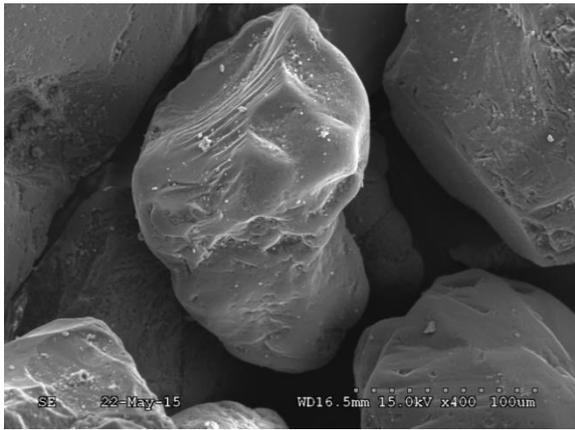
II-3.2 Sables



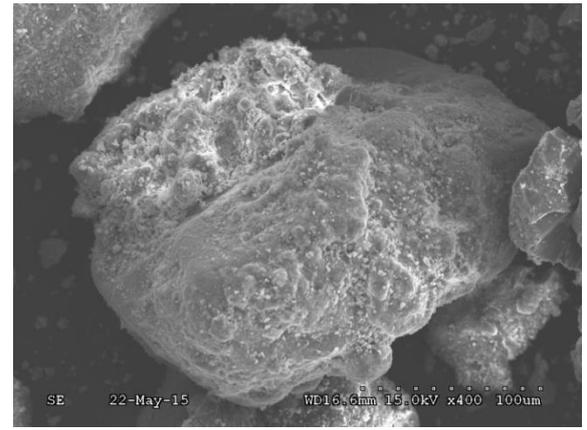
x50



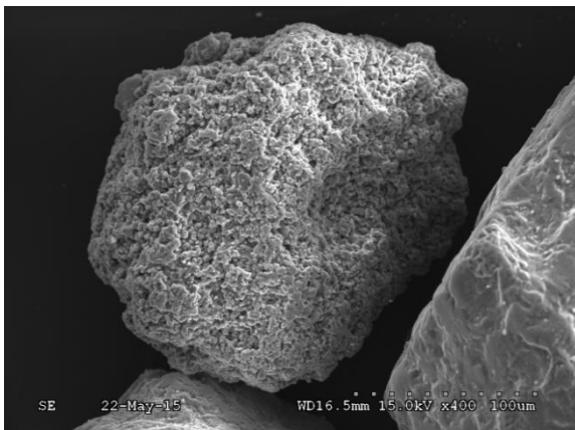
x50



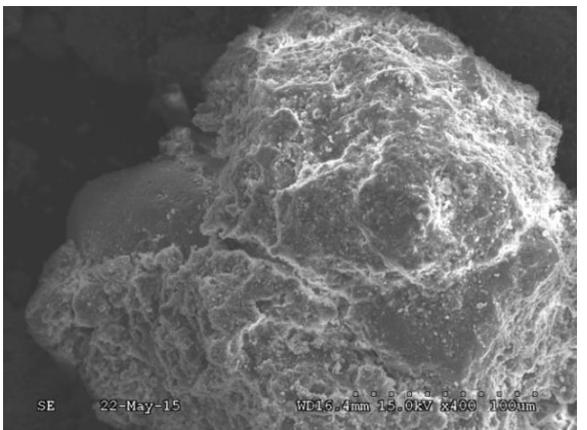
x400



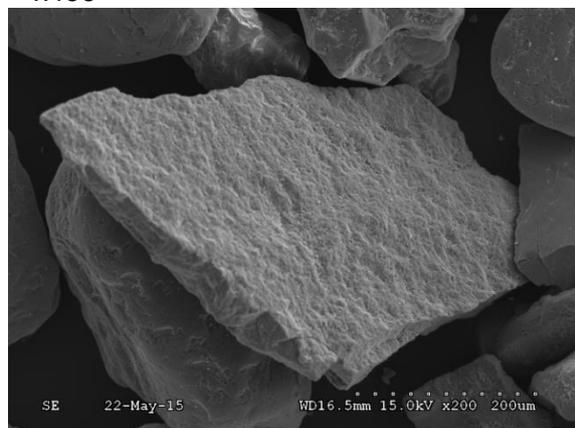
x400



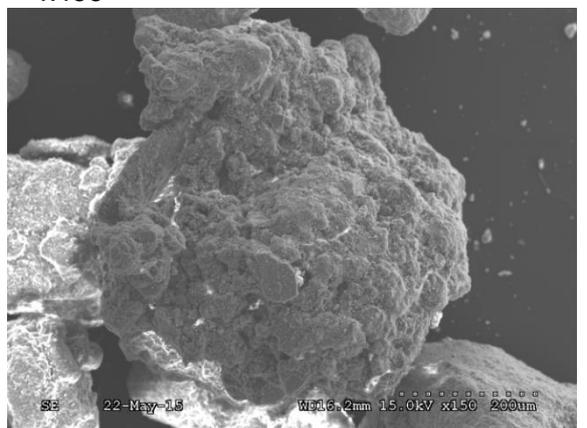
x400



x400



x200



x150

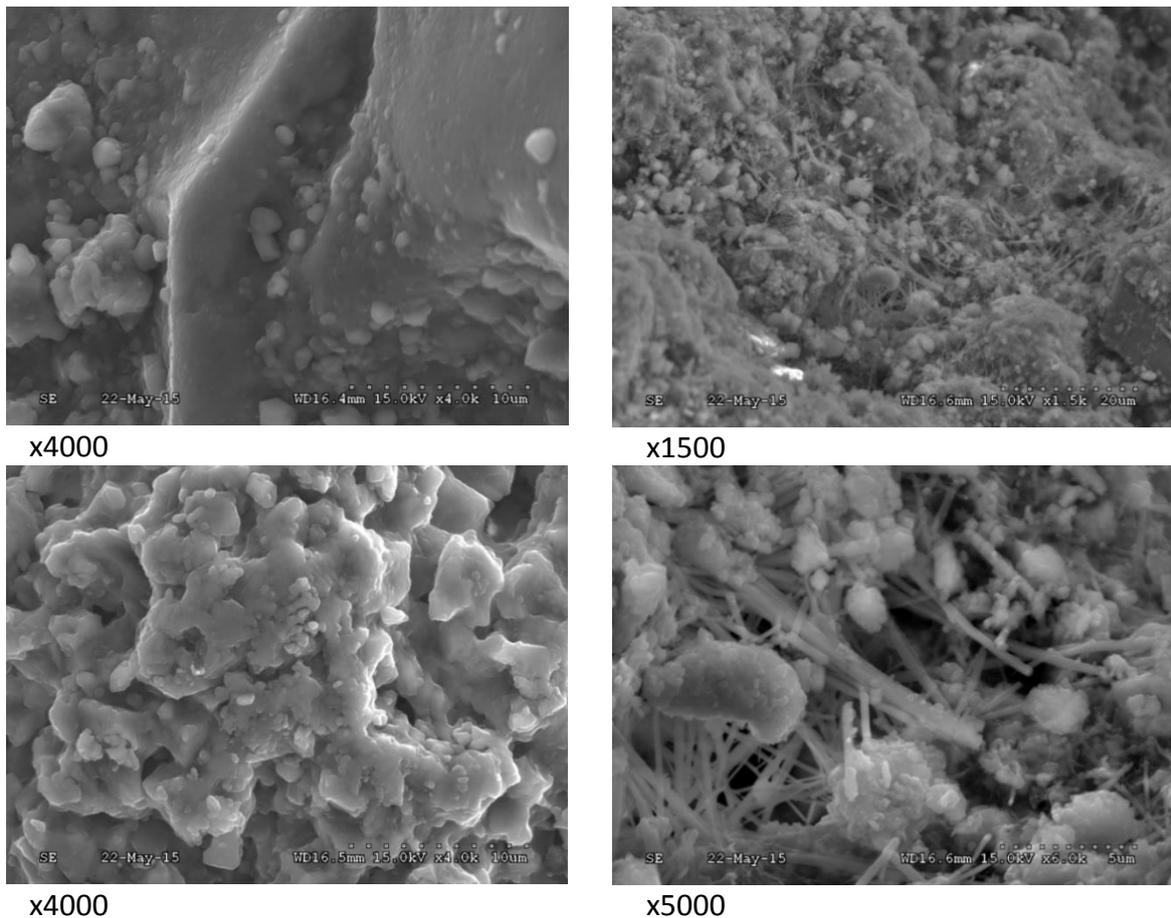


Figure 34 : Comparaison de la morphologie du sable naturel et recyclé (à gauche : sable naturel ; à droite : sable recyclé) (grossissements x50 à x6000)

La Figure 34 présente la comparaison de la morphologie du sable naturel et recyclé à partir des observations sous le MEB. Les images MEB sont prises à grossissements croissants (grossissement de x 50 à x 6000).

Les images MEB à gauche présentent la morphologie du sable naturel. On observe que la surface des grains est plus ou moins lisse et arrondie. On observe également des éléments en plaquettes et des grains de calcaire présentant une surface anguleuse et poreuse.

Les images MEB à droite présentent la morphologie du sable recyclé. Il existe plusieurs formes de grains (arrondie, allongée, anguleuse). La morphologie de surface des particules est assez « tourmentée ». On peut observer certains grains avec une partie de pâte de ciment collée sur un grain de granulat naturel à un grossissement x400. A fort grossissement (x6000), on peut observer la pâte de ciment adhérente avec d'un enchevêtrement intime d'aiguilles qui pourraient être de l'ettringite.

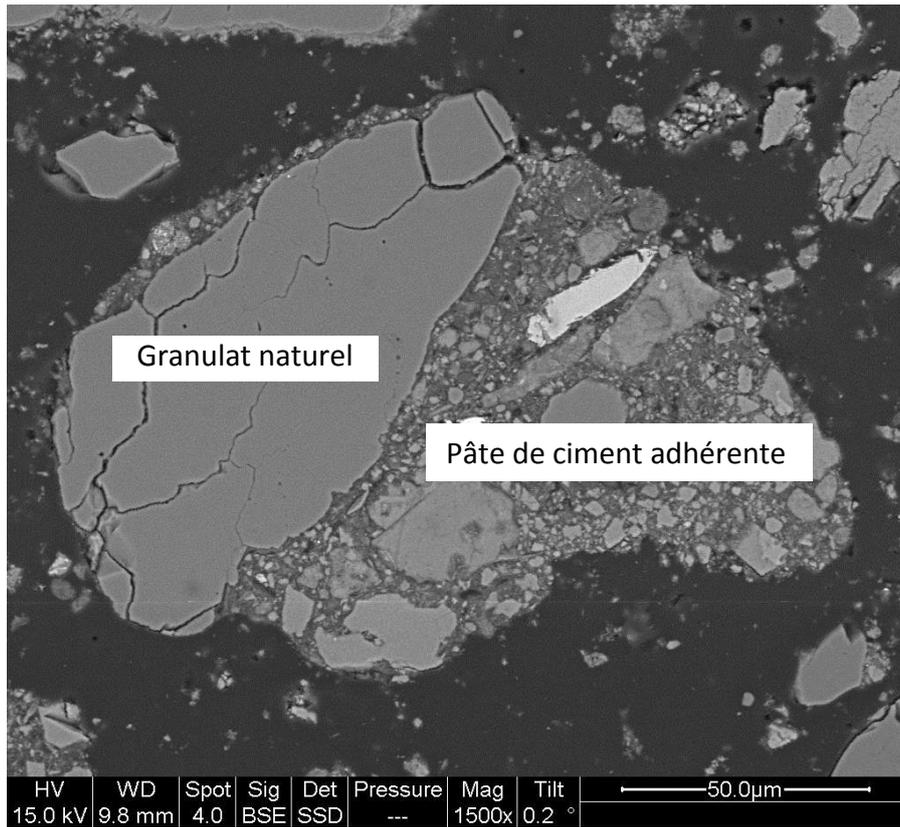


Figure 35 : Image MEB d'un grain de sable recyclé (mode BSE)

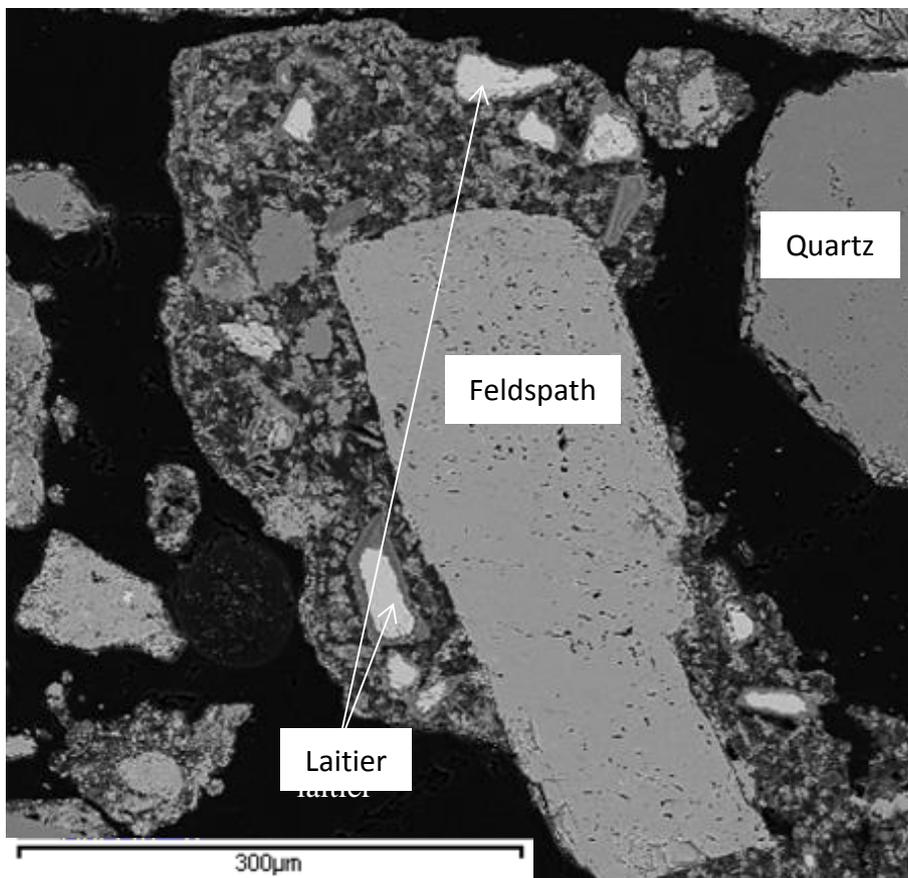


Figure 36 : Images MEB en mode BSE du sable recyclé

La Figure 35 présente les images MEB sur une section polie du sable recyclé en mode BSE. On observe clairement la présence de la pâte de ciment adhérente autour d'un grain de sable naturel. On peut constater également les microfissures dans le grain de sable naturel qui pourrait être due à la procédure de concassage pour fabriquer les GBR.

Dans la Figure 36, on observe l'hétérogénéité du sable recyclé. On note en particulier la présence de laitier anhydre (analyse EDX non présentée) et d'hydrates.

II-3.3. Détermination de la teneur en pâte de ciment adhérente

II-3.3.1 Traitement chimique

Les traitements par solution d'acide nitrique/méthanol (NAM) et solution d'acide salicylique/méthanol (SAM) sont appliqués sur le sable recyclé (SR_1) afin de chercher les phases solubles dans le sable recyclé.

Pour le traitement avec NAM, un prélèvement de 10g d'échantillon broyé sec est immergé et agité dans 500ml de solution d'acide nitrique/méthanol 7% (35ml d'acide nitrique + 465ml de méthanol) pendant 30 min [19]. Puis, la solution est lavée sous un système de filtration sous vide (45µm) avec du méthanol. L'échantillon est ensuite séché à l'étuve à 105°C pendant 1h pour obtenir la masse résiduelle à l'état sec.

Pour le traitement avec SAM, un prélèvement de 5 g d'échantillon broyé sec est immergé et agité pendant 2 h dans une solution d'acide salicylique et méthanol (20 g d'acide salicylique et 300 ml de méthanol)[19]. La solution est lavée sous le système de filtration sous vide (45 µm) avec le méthanol. L'échantillon est ensuite séché à l'étuve à 105°C pendant 1 h pour obtenir la masse résiduelle à l'état sec.

Tableau 9 : Résultats de dissolution du SR_1 dans les solutions NAM et SAM

	% dissolution (% en masse)	% résidu (% en masse)
Solution NAM	46.8%	53.2%
Solution SAM	6.4%	93.5%

Dans le Tableau 9, on constate que les solutions NAM et SAM dissolvent respectivement 46.8% et 6,4% du sable recyclé. Toutefois, le sable recyclé contient des granulats calcaires

II-3.3 Détermination de la teneur en pâte de ciment adhérente

qui vont être dissous par le traitement avec la solution NAM. On obtient donc une teneur des phases solubles assez importante (46,8%) avec la méthode NAM mais qui n'est pas représentative de la teneur en pâte de ciment adhérente.

La Figure 37 illustre la difficulté de déterminer la quantité absolue de pâte adhérente par traitement à l'acide salicylique et de comparer cette valeur d'une étude à l'autre. Nous présentons sur cette figure la composition de trois types de ciments (CEM I, II et III) sous les formes anhydres. L'assemblage de phases, dans le cas où ces ciments sont totalement hydratés, a été calculé par le logiciel de modélisation thermodynamique GEMS [89], [90]. Les parties hachurées correspondent aux phases qui peuvent être dissoutes par traitement chimique. Nous pouvons voir qu'un CEM I sera dissous à environ 80 et 90 % en masse pour les parties anhydre et hydratée alors qu'un CEM III ne sera dissous qu'à 25 et 60 %. Il est donc difficile, en ne connaissant pas le type de ciment utilisé dans le béton de départ, de remonter par traitement à l'acide salicylique à la quantité de pâte adhérente au granulat recyclé.

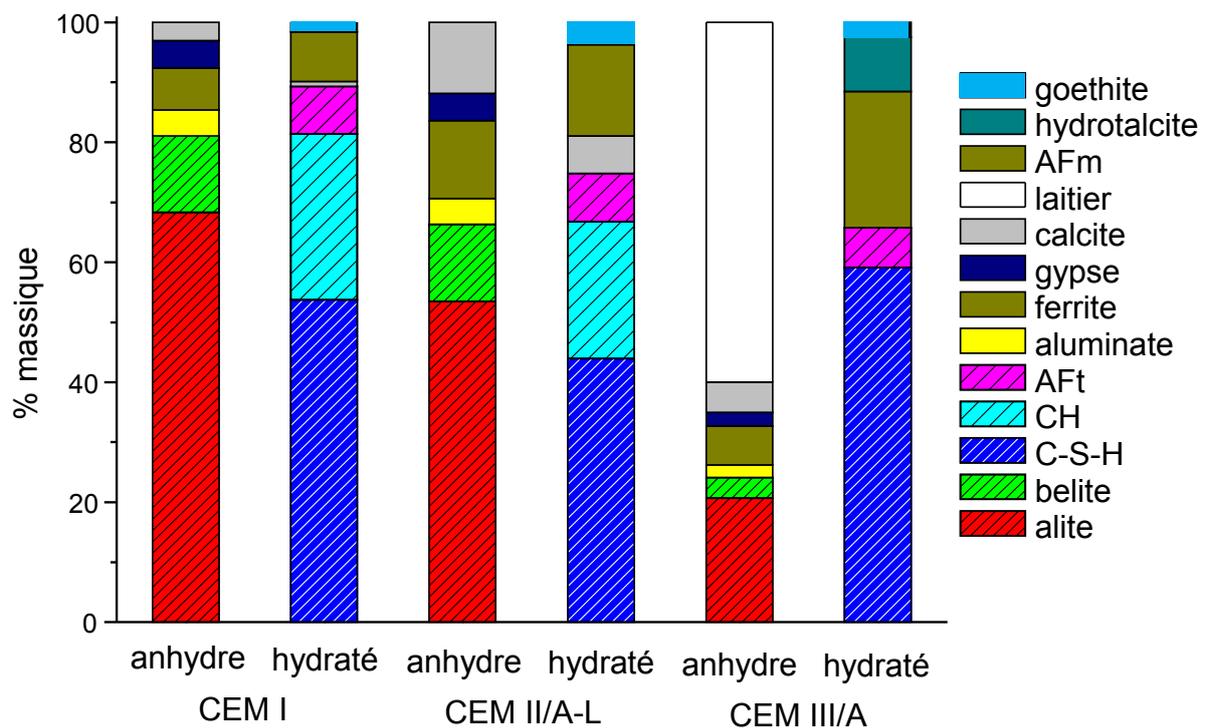


Figure 37 : Proportion des phases d'anhydre et d'hydraté des ciments CEM I, II et III



Figure 38 : Système de filtration utilisée au C2MA

Par la suite, des essais en DRX ont été réalisés pour vérifier le changement de composition minéralogique dans les matériaux avant et après le traitement.

On observe dans la Figure 39 que la calcite est bien dissoute avec le traitement NAM. Par contre, il y a très peu de changement visible avec le traitement SAM. Toutefois, la quantité dissoute dépend fortement de la composition de la pâte adhérente (voir chapitre 1) et la présence de laitier anhydre peut amener une sous-estimation relativement importante de la quantité de pâte adhérente par cette méthode. Et probablement, la carbonatation du granulat recyclé conduirait également à une diminution de la fraction soluble dans SAM.

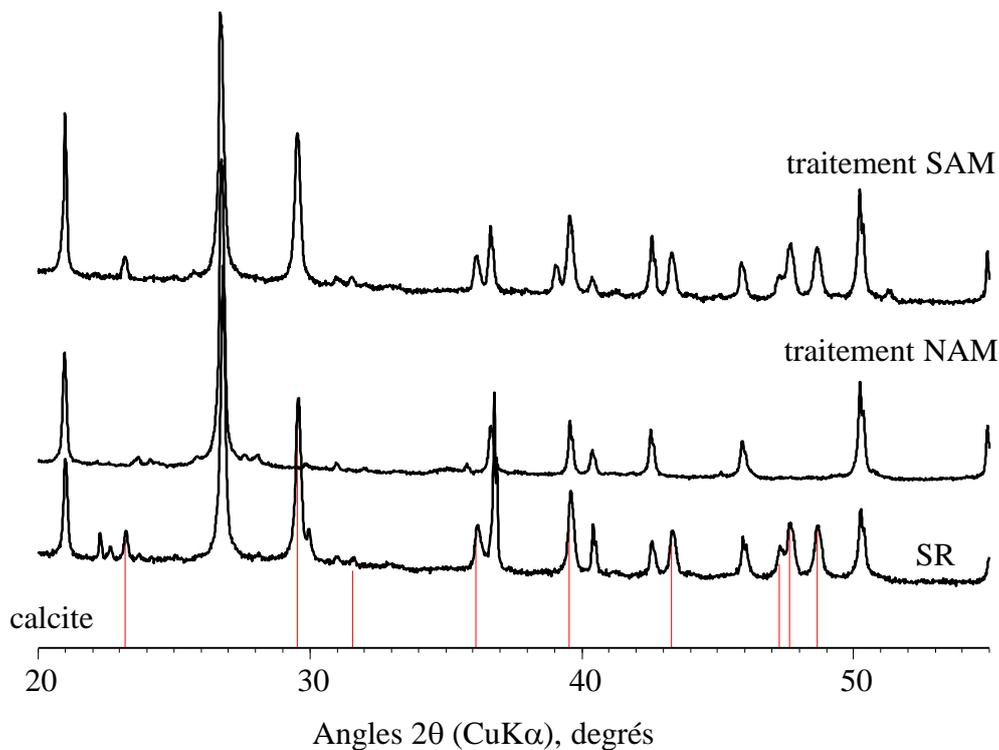


Figure 39 : Diffractogramme du SR avant et après les traitements NAM et SAM

II-3.3 Détermination de la teneur en pâte de ciment adhérente

Le traitement avec la solution SAM a été utilisée également dans l'étude de Zhao [3]. Le SR a été divisé en 4 fractions granulaires (0/0.63 mm ; 0.63/1.25 mm ; 1.25/2.5 mm ; 2.5/5 mm) afin de déterminer la teneur en pâte de ciment de chaque fraction. Dans notre cas, le SR est divisé en 5 fractions granulaire en prenant la même proportion des fractions (0/0.5 mm ; 0.5/0.8 mm ; 0.8/1.6 mm ; 1.6/2.5 mm ; 2.5/4 mm). La quantité de pâte de ciment adhérente déterminée par cette méthode n'est pas exacte en valeur absolue mais nous supposons ici que le coefficient de proportionnalité entre la fraction dissoute et la teneur en pâte est le même pour les différentes fractions granulaires d'un même sable recyclé. Le mode opératoire est suivi dans l'étude de Zhao [3]. Cet essai est réalisé au moins 5 fois pour chaque fraction granulaire.

La Figure 40 montre la variation de la FSAS en fonction de la dimension moyenne des fractions granulaires du sable recyclé. Dans cette figure, on ne voit pas une tendance aussi claire que dans les études précédentes qui montraient une augmentation de la teneur en pâte de ciment adhérente lorsque la taille des particules diminuait [3], [14], [25], [27], même si la FSAS de la fraction la plus fine semble être supérieure aux autres fractions.

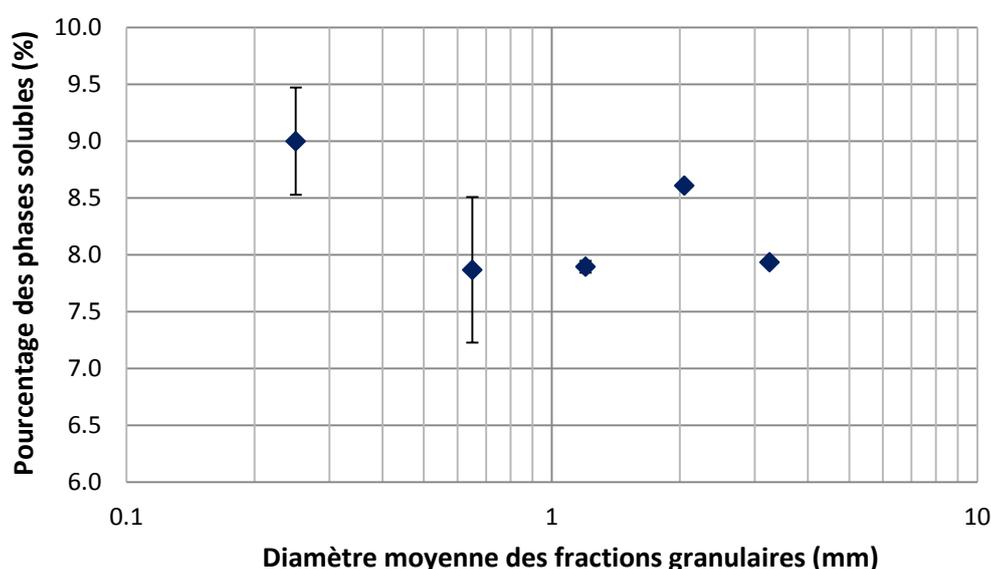


Figure 40 : Fraction soluble dans l'acide salicylique des fractions granulaires du sable recyclé

Zhao [3] a notamment appliqué cette méthode pour caractériser la FSAS dans 4 fractions granulaires du même sable recyclé (noté RCA-PNR). Il a trouvé une relation linéaire entre la teneur en pâte de ciment et la taille moyenne des fractions granulaires. Dans cette étude, la FSAS variait de 6 à 8% (voir Figure 41). Dans la Figure 40, nous ne retrouvons pas cette tendance linéaire. La FSAS augmente bien pour les fractions granulaires 2.5/4mm,

1.6/2.5mm et 0/0.5mm. Cependant, le pourcentage des phases solubles des deux fractions granulaires intermédiaires (0.5/0.8mm et 0.8/1.6mm) est moins important que celui des autres fractions. La méthode utilisée demande un travail délicat et de nombreuses expériences. Par ailleurs, un prélèvement de 0.5g demande un échantillonnage très précis pour obtenir un échantillon représentatif. Ainsi, nous avons cherché à utiliser une méthode plus simple et plus rapide pour évaluer la teneur en pâte de ciment adhérente dans les différentes fractions granulaires.

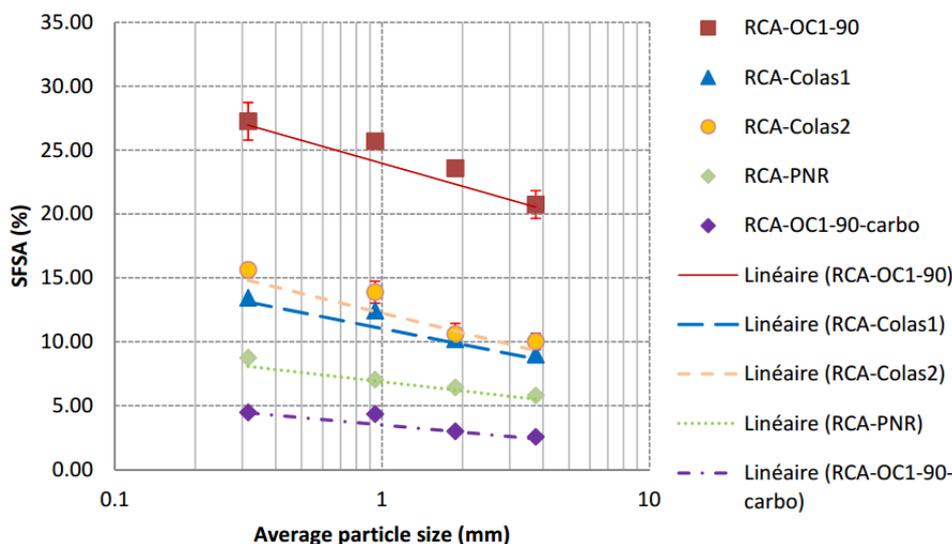


Figure 41 : FSAS en fonction de la dimension moyenne des fractions granulaires selon Zhao [3]

II-3.3.2 Méthode thermique – Perte de masse au four de 105°C à 475°C

Une autre méthode a été proposée par Zhao [3] pour évaluer la teneur en pâte de ciment adhérente en déterminant la perte de masse au four des fractions granulaires du sable recyclé. Il a proposé de déterminer la perte de masse du sable recyclé entre 105°C et 600°C. Cependant, des analyses thermogravimétriques couplées à un spectromètre de masse (l'ATG/MS) (Figure 42) ont montré que la décarbonatation commençait vers 475°C. La perte de masse de 105°C à 600°C n'est donc pas exclusivement due à la déshydratation des hydrates de la pâte de ciment. Nous avons donc décidé dans notre étude de mesurer la perte de masse au four entre 105°C et 475°C afin de déterminer une perte de masse correspondant uniquement aux phases hydratées, même si cette dernière n'est peut-être pas totale. Il faut donc noter ici que cette mesure fournit une teneur en pâte relative liée à la phase des hydrates.

Mode opératoire de l'essai de perte de masse au four:

II-3.3 Détermination de la teneur en pâte de ciment adhérente

- Séchage de chaque fraction du sable à 70°C pendant 24h, puis broyage par cyclobroyeur ($d \leq 200\mu\text{m}$)
- Échantillonnage par un échantillonneur rotatif pour obtenir d'une quantité d'environ 10g du sable broyé.
- Mise au four à 105°C pendant 24 h, puis pesée de l'échantillon (M_{105})
- Mise au four à 475°C pendant 24 h, puis pesée de l'échantillon (M_{475})

La perte de masse est calculée selon l'Équation 1:

$$ML_{105-475} (\%) = \frac{M_{105} - M_{475}}{M_{105}} * 100 \quad \text{Équation 1}$$

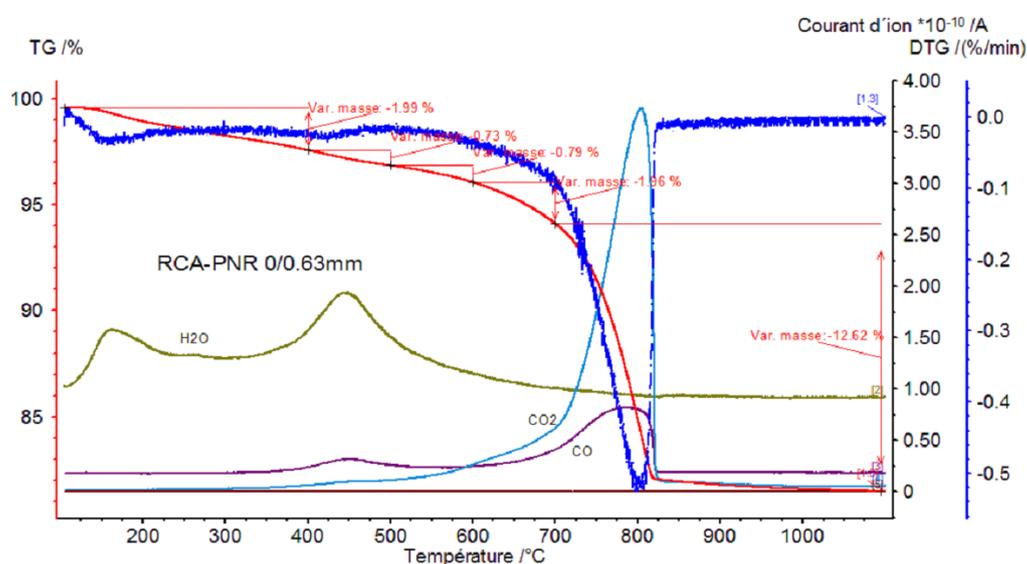


Figure 42 : ATG avec analyse des gaz de la fraction 0/0.63mm du sable recyclé SR_1 [3]

La Figure 43 présente la variation de la perte de masse au four de 105°C à 475°C en fonction de la dimension moyenne des fractions granulaires du sable recyclé SR_1. On peut constater que la perte de masse est plus importante quand la taille des fractions diminue. Une relation quasi-linéaire entre la perte de masse et la fraction granulaire est obtenue. Ce résultat est conforme aux observations de Zhao [3] avec une mesure de la teneur en pâte de ciment avec l'acide salicylique (Figure 41).

Par rapport à la méthode à l'acide salicylique, cette méthode est plus simple à mettre en œuvre. De plus, elle permet de caractériser un prélèvement de masse supérieure (10 g ou plus) et plus représentatif que la quantité utilisée dans la méthode de Zhao (0.5 g) [3].

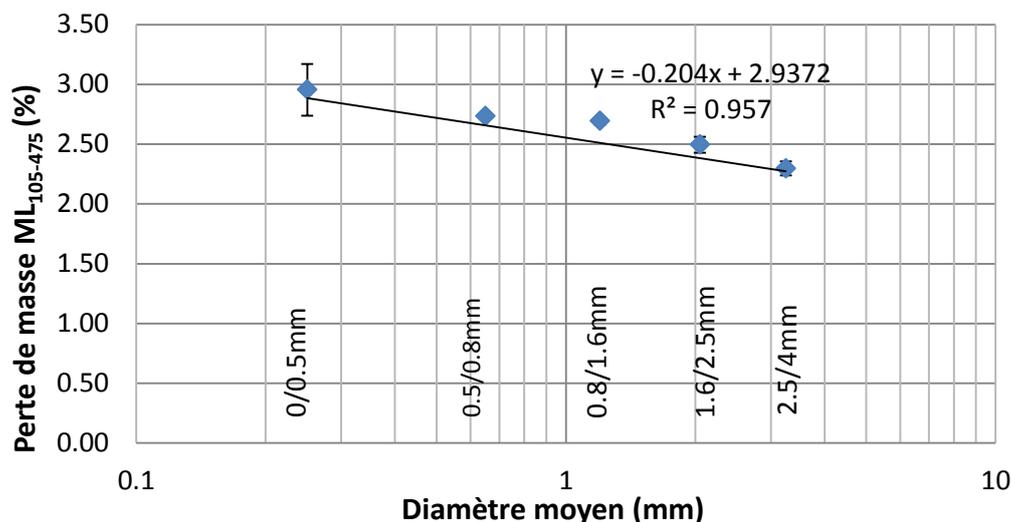


Figure 43 : Perte de masse de 105°C à 475°C des fractions granulaires

II-3.3.3 Conclusions

Différentes méthodes pour déterminer la teneur en pâte de ciment adhérente ont été utilisées. La méthode NAM n'est pas applicable à notre sable recyclé car la solution dissout à la fois une partie du sable naturel (la partie calcaire) et la pâte de ciment. La méthode SAM ne dissout pas les granulats naturels, mais elle ne dissout que la fraction soluble de la pâte de ciment. Dans le cas des ciments composés (contenant des fillers calcaires ou des laitiers par exemple), cette dernière peut-être significativement plus faible que la teneur en pâte de ciment car les additions minérales ou les produits d'hydratation formés ne sont généralement pas solubles dans l'acide salicylique. Cependant, cette méthode demande un travail très délicat avec un échantillonnage très précis pour obtenir un échantillon représentatif avec une petite quantité de 0.5 g. La méthode de mesure de perte de masse entre 105°C et 475°C est une méthode simple et efficace pour obtenir une grandeur proportionnelle à la teneur en pâte de ciment adhérente.

II-3.4. Mesure d'absorption d'eau du sable recyclé

II-3.4.1 Introduction

L'objectif de cette partie est de mesurer l'absorption d'eau des granulats recyclés en utilisant différentes méthodes : méthode normalisée EN 1097-6 [32]; méthode IFSTTAR N°78 [39]; évaporométrie [43]; méthode par extrapolation [3]. Ces différentes mesures sont ensuite comparées afin de proposer une valeur du coefficient d'absorption d'eau du sable

recyclé pour la suite de l'étude. Ce dernier sera utilisé pour la formulation des mortiers afin d'étudier l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur la maniabilité et les propriétés mécaniques du mortier contenant du sable recyclé.

II-3.4.2 Méthode normalisée EN 1097-6

Comme on a présenté dans le premier chapitre 1, cette méthode est appliquée pour les sables sans les fines. Après une immersion 24h dans l'eau, un séchage progressif par un courant d'air chaud est effectué. L'état SSS est identifié en utilisant un essai d'affaissement au cône (Figure 44). Ce dernier permet de détecter la présence de forces de cohésion dues à l'humidité de surface des particules

Tableau 10 : Résultats de mesure d'absorption d'eau par la méthode normalisée EN 1097-6

Type du sable	Absorption d'eau - WA (%)	Ecart-type (%)	Nombre d'essais
SR_1 (0.063/4mm)	7.3	0.2	3
SR_2 (0.063/4mm)	6.8	0.1	3
SN (0.063/4mm)	0.5	0.1	3

Les résultats de mesure d'absorption d'eau par la méthode normalisée EN 1097-6 sont présentés dans le Tableau 10. On constate que l'absorption d'eau du sable recyclé est beaucoup plus importante que celle du sable naturel. Cette différence peut être attribuée à la présence de la pâte de ciment adhérente qui possède une porosité plus importante que celle des granulats naturels.

II-3.4.3 Méthode IFSTTAR N°78

Nous voulons comparer les résultats à ceux de la méthode normalisée, donc en appliquant cette méthode, une immersion de l'échantillon sous eau pendant 24 h est appliquée. L'échantillon est ensuite séché progressivement en utilisant un papier absorbant jusqu'à ce qu'on ne voit plus de trace d'humidité sur le papier (Figure 45). On considère alors que l'état SSS a été atteint. Un séchage à 105°C comme dans la méthode normalisée est effectué pour obtenir la masse de l'échantillon à l'état sec. La teneur en eau à l'état SSS nous donne le coefficient d'absorption d'eau des granulats



Figure 44 : Forme du cône de sable correspondant à l'état SSS_{EN} dans la méthode normalisée EN 1097-6

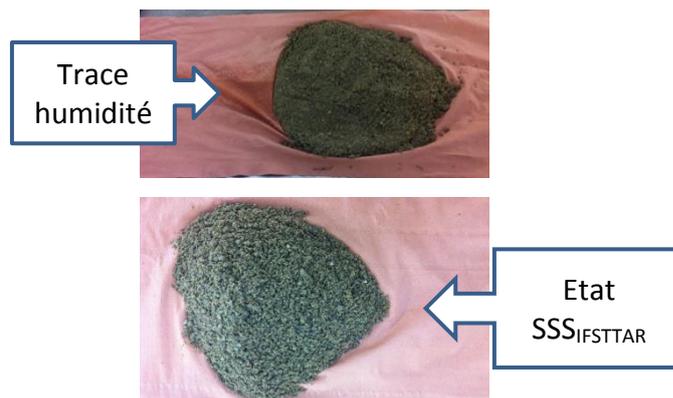


Figure 45 : Trace d'humidité sur le papier absorbant pour déterminer l'état $SSS_{IFSTTAR}$ dans la méthode IFSTTAR N°78

Tableau 11 : Résultats de mesure d'absorption d'eau par la méthode IFSTTAR N°78

Type du sable	Absorption d'eau - WA (%)	Ecart-type (%)	Nombre d'essais
SR_1 (0/4mm)	10.6	0.1	3
SN (0/4mm)	2.2	0.1	3

Les résultats de mesure d'absorption d'eau par la méthode IFSTTAR N°78 sont présentés dans le Tableau 11. On constate que l'absorption d'eau du sable recyclé est nettement plus élevée que celle du sable naturel. Cette tendance confirme les résultats obtenus avec la norme. Toutefois, les valeurs obtenues sont plus élevées qu'avec la méthode normalisée, pour les deux sables étudiés.

II-3.4.4 Évaporométrie

Cette méthode a été proposée par Mechling et al.[43]. Le principe consiste à sécher par convection un empilement poreux. Le coefficient d'absorption d'eau est déterminé à partir du changement de la teneur en eau et de la vitesse d'évaporation au cours du séchage. On peut trouver les phases suivantes (voir la Figure 12):

- une phase transitoire où le milieu se met à l'équilibre thermique et hydrique (la vitesse de séchage augmente)
- une phase de séchage à vitesse constante (correspondant à l'évaporation de l'eau inter-granulaire)

II-3.4 Mesure d'absorption d'eau du sable recyclé

- une phase à vitesse décroissante (correspondant à l'évaporation de l'eau intra-granulaire).

Un point important est le point t_c (*teneur en eau critique*). Ce point correspond au moment où la phase à vitesse constante passe à la phase à vitesse décroissante. Selon les auteurs, ce changement est dû à l'évaporation de l'eau dans les pores intra-granulaires. Une fois l'évaporation de l'eau inter-granulaire terminée (phase à vitesse constante), le transport de l'eau intra-granulaire vers la surface s'effectue. Ce processus ne se fait plus à vitesse constante mais à vitesse décroissante. Grâce aux courbes de séchage, on peut déterminer la teneur en eau critique (correspondant au coefficient d'absorption d'eau).

La masse sèche de l'échantillon à utiliser pour l'essai peut être estimée selon la relation suivante :

$$M_S = 0.5 * S * d_m * \rho_a * N$$

Où :

S	(mm ²)	surface du bac à essai d'évaporométrie
ρ_a	(g/mm ³)	masse volumique absolue (densité) du matériau
d_m	(mm)	diamètre moyen des grains, ou d50 si les grains sont de taille différente
N		nombre de couches de grains formant le lit granulaire (non nécessairement entier)

$$N \approx 6 * d_m^{-0.6}$$



Dessiccateur halogène

Coupelle de sable à mettre dans le dessiccateur

Figure 46 : Dessiccateur précisa utilisé au C2MA – Alès

En utilisant ce protocole, un lit de granulats mince est séché dans un dessiccateur halogène ventilé à 50°C incluant une balance très précise (0.001g) pour mesurer la variation

de la masse de l'échantillon. Cette balance est connectée à un ordinateur pour enregistrer la masse de l'échantillon chaque 30 secondes jusqu'à la masse constante. Avant de le placer dans le dessiccateur, l'échantillon est immergé dans l'eau pendant 24h à la pression atmosphérique pour obtenir l'état saturé. Cette procédure est conforme à la norme EN 1097-6 [32]. Dans cette étude, le coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé est mesuré avec et sans les fines ($d < 63\mu\text{m}$).

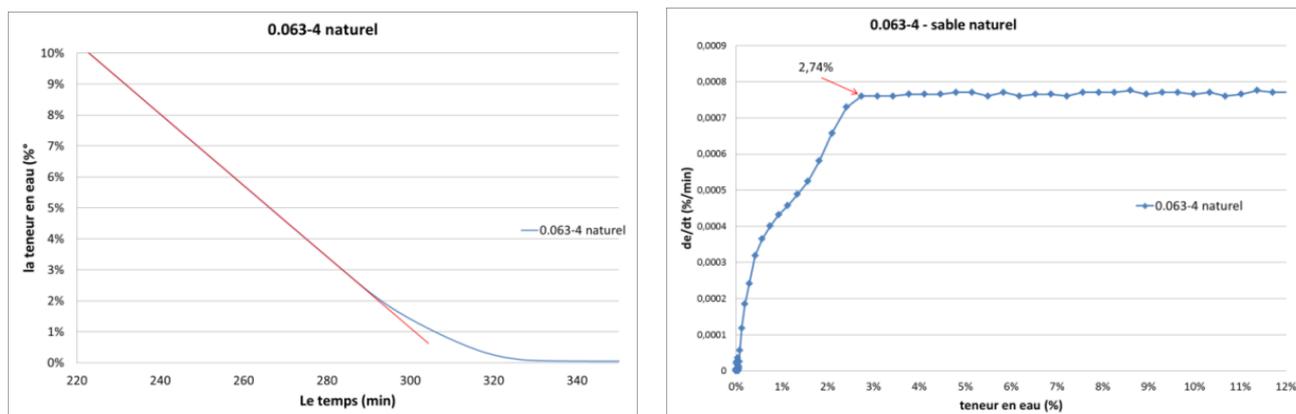


Figure 47 : Exemple d'exploitation des données

Les résultats de mesure d'absorption d'eau des sables naturels et des sables recyclés par évaporométrie sont présentés dans le Tableau 12. Dans ce tableau, on observe que le coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé est plus élevé que celui du sable naturel. Le coefficient d'absorption d'eau du sable naturel est de 3.0%. Cette valeur varie entre 10.0% et 11.6% pour les sables recyclés. Ces valeurs sont plus élevées que celles obtenues par la méthode normalisée EN 1097-6, mais elles sont semblables aux valeurs obtenues par la méthode IFSTTAR N°78.

Tableau 12 : Résultats de mesure d'absorption d'eau par évaporométrie

Type du sable	Absorption d'eau - WA (%)	Ecart-type (%)	Nombre d'essais
SR_1 (0/4mm)	10.8	0.2	3
SR_1 (0.063/4mm)	10.0	0.1	3
SR_2 (0.063/4mm)	11.6	0.2	3
SN (0/4mm)	3.0	0.1	3
SN (0.063/4mm)	2.9	0.2	3

Dans l'article de Mechling et al. [43], les absorptions des sables mesurées par évaporométrie sont 1.1 à 1.4 fois plus élevées que celles mesurées par la norme NF P 18-555

(ancienne version de la norme EN 1097-6). Ces essais concernaient la fraction [0-D] de sables, fines comprises. Les auteurs mettent en avant la présence d'eau adsorbée dans l'eau d'absorption mesurée par évaporométrie alors que selon l'intensité du séchage pratiqué durant le protocole NF P 18-555 et 1097-6, cette eau pourrait être présente ou non.

II-3.4.5 Méthode par extrapolation

Toutes les méthodes exposées précédemment présentent des difficultés pour mesurer l'absorption d'eau des sables avec les fines. Une méthode indirecte permettant de déterminer l'absorption d'eau des sables recyclés contenant des fines a été proposée par Zhao [17] en se basant sur la relation entre la teneur en pâte de ciment adhérente du granulats de béton recyclé et son coefficient d'absorption d'eau.

$$WA_{GBR} = WA_{pdc} * X_p + WA_{GN} * (1 - X_p) \quad \text{Équation 2}$$

Où :

WA_{GBR}	(%)	: coefficient d'absorption d'eau des GBR
WA_{pdc}	(%)	: coefficient d'absorption d'eau de la pâte de ciment adhérente
WA_{GN}	(%)	: coefficient d'absorption d'eau du granulats naturel
X_p	(%)	: teneur massique en pâte de ciment adhérente

L'Équation 2 montre une relation linéaire entre le coefficient d'absorption d'eau et la teneur en pâte de ciment adhérente (ou une grandeur qui lui serait proportionnelle). On suppose que les coefficients d'absorption d'eau de la pâte adhérente (WA_{pdc}) et des granulats naturels (WA_{GN}) sont constants pour un GBR donné. L'Équation 2 peut ainsi être appliquée pour toute fraction granulaire du GBR. La méthode par extrapolation est ainsi basée sur une séparation du SR en différentes fractions granulaires. La teneur en pâte de ciment adhérente (ou plutôt une grandeur qui lui est proportionnelle) est ensuite mesurée, pour chaque fraction granulaire. Ensuite, les coefficients d'absorption d'eau des fractions granulaires grossières sont mesurés avec une méthode classique (EN 1097-6 ou IFSTTAR N°78 par exemple). En effet, la difficulté des méthodes précédentes est de mesurer l'absorption d'eau en présence des fines dans le sable. Ces dernières vont créer, en contact avec l'eau, des ménisques qui perturbent la mesure d'absorption d'eau. La relation « *absorption d'eau – pâte de ciment adhérente* » obtenue pour les fractions grossières peut

finalement être extrapolée vers les fractions granulaires les plus fines pour identifier les coefficients d'absorption d'eau de ces dernières. Dans notre cas, le SR est divisé en 5 fractions granulaires (0/0.5 mm ; 0.5/0.8 mm ; 0.8/1.6 mm ; 1.6/2.5 mm ; 2.5/4 mm). Le coefficient d'absorption d'eau de chaque fraction et du sable complet est mesuré par la méthode normalisée EN 1097-6 et la méthode IFSTTAR N°78. Enfin, grâce à la proportion des fractions granulaires, on peut calculer le coefficient d'absorption d'eau totale du sable.

Dans la méthode originale, Zhao [3] a proposé d'utiliser la fraction soluble dans l'acide salicylique (FSAS) comme grandeur proportionnelle à la teneur en pâte de ciment adhérente. Toutefois, comme discuté dans la partie précédente, cette méthode présente des inconvénients. Dans ce travail, nous avons choisi d'utiliser la perte de masse au four de 105°C à 475°C. Cette méthode est simple et permet de travailler avec un échantillon de masse plus importante (10 g dans notre travail) et donc plus représentatif que dans la méthode à l'acide salicylique.

La Figure 48 présente les résultats de mesure d'absorption d'eau des fractions granulaires par deux méthodes : EN 1097-6 et IFSTTAR N°78. Les résultats obtenus par les deux méthodes sont très proches pour les fractions grossières ($d > 0.8$ mm). En revanche, l'écart entre les deux méthodes devient très important pour les fractions granulaires inférieures à 0.8 mm. En effet, le coefficient d'absorption d'eau doit normalement augmenter quand la taille des particules diminue car les particules les plus fines possèdent une teneur en pâte de ciment adhérente plus élevée (Figure 43). Mais avec la méthode normalisée EN 1097-6, on constate une diminution de l'absorption avec la fraction 0/0,5mm. Ce résultat est en accord avec les résultats de Zhao [3] et confirme les difficultés de la méthode normalisée EN 1097-6 pour mesurer le coefficient d'absorption d'eau des fractions fines. En effet, pour les très petites particules angulaires (comme celles obtenues à partir de béton concassé), le sable peut présenter une certaine cohésion, même si toute l'eau à la surface des particules a été éliminée, ce qui empêche le cône de sable de s'affaisser. C'est pourquoi la méthode normalisée EN 1097-6 sous-estime l'absorption d'eau pour les fractions fines. Au contraire, la méthode IFSTTAR N°78 donne une valeur très élevée pour la fraction fine. Ce résultat est dû au fait que de très petites particules tendent à s'agglomérer pendant le séchage, en raison des forces capillaires. Le papier absorbant permet de sécher la surface de ces

II-3.4 Mesure d'absorption d'eau du sable recyclé

agglomérats, mais il ne permet pas de les casser [3]. La méthode IFSTTAR N°78 surestime donc le coefficient d'absorption d'eau de la fraction fine.

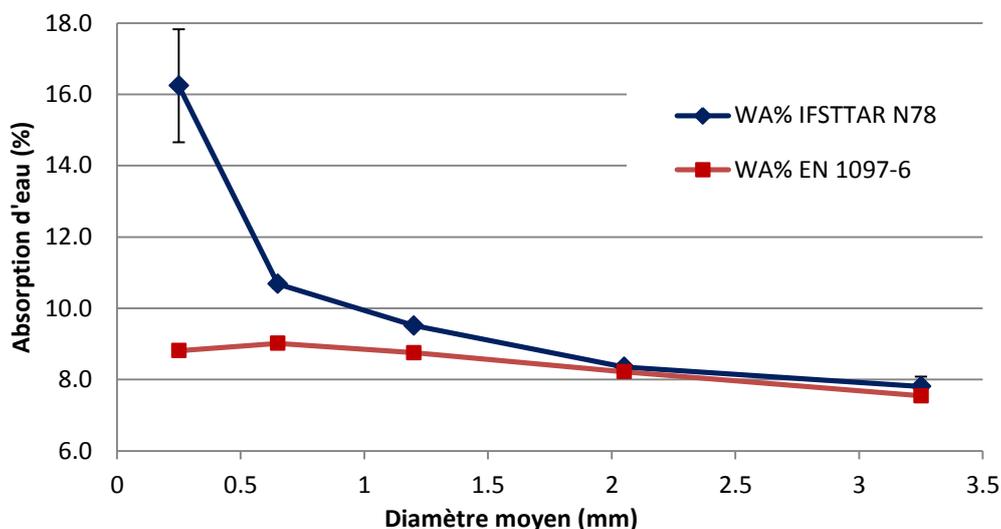


Figure 48 : Absorption d'eau des fractions granulaires du sable recyclé

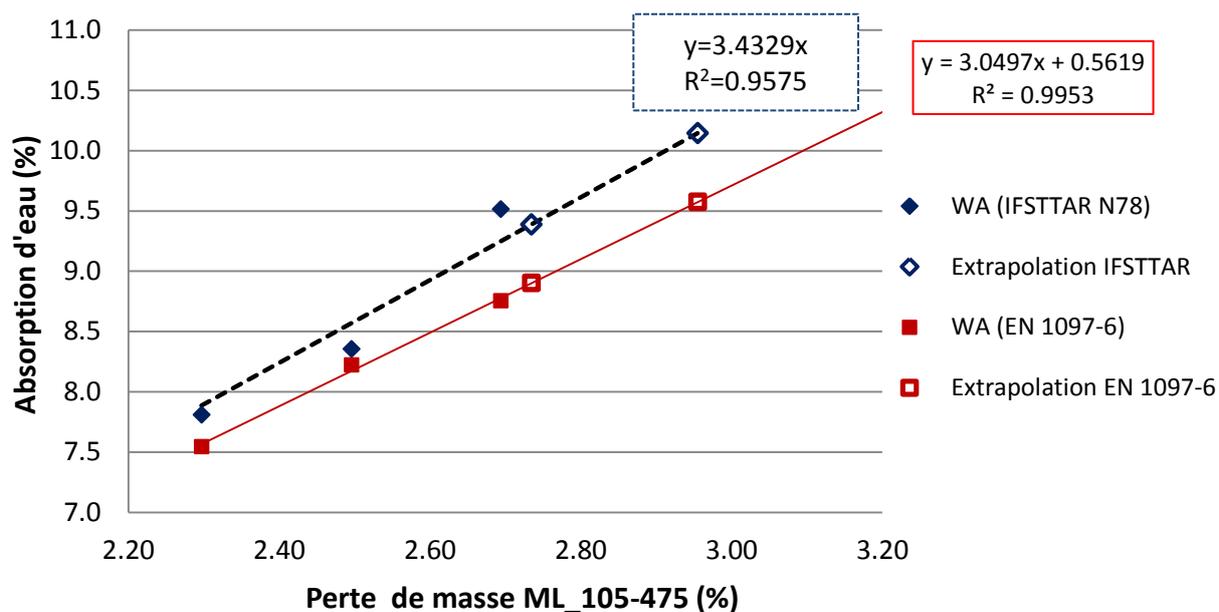


Figure 49 : Corrélation de perte de masse et d'absorption d'eau des fractions granulaires

La Figure 49 présente la corrélation entre la perte de masse au four et l'absorption d'eau (méthode normalisée EN 1097-6 et IFSTTAR N°78) des trois fractions grossières. On observe une variation linéaire de l'absorption d'eau en fonction de la perte de masse. Grâce à l'Équation 2, connaissant la perte de masse des fractions fines, on peut extrapoler la courbe afin de calculer l'absorption des fractions fines. Les valeurs extrapolées sont présentées dans le Tableau 13.

Ensuite, grâce à la proportion des fractions granulaires du sable recyclé, l'absorption d'eau totale du sable recyclé peut être déterminée. Les résultats sont présentés dans le Tableau 13. On trouve que les valeurs extrapolées à partir des mesures par la norme et la méthode IFSTTAR sont très voisines. Si on prend la moyenne des deux valeurs obtenues, on obtient un coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé de 9.0% et 9.6% pour SR_1 et SR_2 respectivement.

Tableau 13 : Extrapolation de l'absorption d'eau des fractions fines en utilisant un mode de pré-saturation sous eau

Fraction granulaire	2.5/4 mm	1.6/2,5 mm	0.8/1.6 mm	0.5/0.8 mm	0/0.5 mm	WA totale (%) SR_1 (0/4 mm)	WA totale (%) SR_2 (0/4 mm)
Proportion des fractions SR_1 (%)	20	18	20	12	30		
Proportion des fractions SR_2 (%)	4	4	7	12	73		
Perte de masse ML_105-475 (%)	2.30	2.50	2.69	2.73	2.96		
WA (%) (EN 1097-6)	7.5	8.2	8.8	8.9	9.6	8.7	9.3
Nombre d'essais	5	5	5				
WA (%) (IFSTTAR N78)	7.8	8.4	9.5	9.4	10.2	9.1	9.9
Nombre d'essais	3	3	3				
	Valeur WA mesurée			Valeur WA extrapolée	Valeur WA extrapolée	Valeur WA calculée	Valeur WA calculée

Le Tableau 13 permet de calculer la perte de masse totale des sables SR_1 et SR_2 pour les 5 fractions granulaires (2.66% et 2.87% respectivement). La teneur en pâte de ciment du sable SR_1 est donc plus faible que celle de SR_2 (différence d'environ 7%). Cette réduction de teneur en pâte de ciment se traduit par un coefficient d'absorption d'eau obtenu par extrapolation plus faible pour SR_1 que pour SR_2 (réduction également d'environ 7%).

Ce résultat est contradictoire avec les coefficients d'absorption obtenus avec la méthode normalisée sur les sables complets (respectivement 7.3% et 6.8% pour SR_1 et SR_2). Cette différence peut être attribuée à la présence d'une quantité de particules fines (inférieures à 0.5mm) beaucoup plus élevée dans SR_2 que dans SR_1 (respectivement 73% et 30%). En effet, nous avons montré précédemment (Figure 26) que, pour cette fraction fine, la méthode normalisée sous-estimait significativement le coefficient d'absorption d'eau par rapport à la méthode par extrapolation. Au contraire, avec la méthode IFSTTAR qui

surestime l'absorption de la fraction fine, on obtient un coefficient d'absorption pour SR_2 plus élevé que pour SR_1. Là encore, la présence plus importante de particules inférieures à 0.5mm dans SR_2 est responsable de cette surestimation du coefficient d'absorption.

Tableau 14 : Bilan des résultats de mesure d'absorption d'eau par différentes méthodes

Méthode	SN		SR_1		SR_2	
	0/4mm	0.063/4mm	0/4mm	0.063/4mm	0/4mm	0.063/4mm
EN 1097-6		0.5		7.3		6.8
IFSTTAR N°78	2.2		10.6			
Evaporométrie	3	2.9	10.8	10.0		11.6
Extrapolation			9.0			9.6

II-3.4.6 Conclusions

Dans cette partie, quatre méthodes de mesure d'absorption d'eau du sable ont été utilisées afin de déterminer l'absorption d'eau du sable recyclé avec le mode de saturation sous l'eau pendant 24h. Dans tous les cas, toutes les méthodes ont montré que l'absorption d'eau du sable recyclé est plus importante que celle du sable naturel. Cette différence peut être attribuée à la présence de la pâte de ciment adhérente qui possède une porosité plus importante que le sable naturel.

Les résultats obtenus dépendent de la méthode employée. La difficulté d'utilisation des méthodes traditionnelle (EN 1097-6, IFSTTAR N°78) ou la méthode Evaporométrie vient de la présence des fines dans le sable recyclé. La méthode normalisée EN 1097-6 sous-estime l'absorption d'eau du SR. Par contre, la méthode IFSTTAR N78 et Evaporométrie surestiment l'absorption d'eau du SR.

La méthode indirecte, par extrapolation, est basée sur la connaissance de la teneur en pâte de ciment adhérente des fractions granulaires et de leur absorption d'eau. L'absorption d'eau des fractions grossières ($d > 0.8\text{mm}$) est mesurée par deux méthodes : EN 1097-6 et IFSTTAR N°78. Pour ces fractions grossières, les valeurs d'absorption d'eau obtenues avec les deux méthodes sont très proches ce qui tend à montrer que ces deux protocoles sont pertinents pour ces fractions grossières. La teneur en pâte de ciment adhérente des fractions granulaires est mesurée par la méthode thermique en mesurant la perte de masse de l'échantillon entre 105° et 475°C. L'absorption d'eau des fractions fines ($d < 0.8\text{mm}$) est

extrapolée à partir des fractions grossières ($d > 0.8\text{mm}$). Enfin, l'absorption d'eau du sable recyclé est déterminée en connaissant proportion des fractions granulaires et leur absorption d'eau. Cette méthode donne les valeurs d'absorption d'eau des sables recyclés de 9.0% et 9.6%, respectivement de SR_1 et SR_2.

II-4. Conclusions

Dans ce chapitre, les travaux de caractérisation des matériaux utilisés dans cette étude ont été réalisés. A partir des résultats obtenus, on peut tirer les conclusions suivantes :

- Caractérisation des matériaux utilisés

Le sable recyclé SR_1 possède une teneur en fines plus importante que le sable naturel. Les sables naturel et recyclé sont principalement constitués du quartz et de calcite. La présence de la pâte de ciment adhérente dans le sable recyclé est mise en évidence par les observations sous le MEB. Cependant, on ne peut pas caractériser quantitativement la teneur en pâte de ciment adhérente avec cette technique.

- Détermination de la teneur en pâte de ciment adhérente

Les traitements chimique et thermique ont été réalisés. On ne peut pas déterminer quantitativement la teneur en pâte de ciment avec les traitements chimiques. Une autre méthode simple a été proposée en déterminant la perte de masse au four de 105°C à 475°C que l'on suppose proportionnelle à la teneur en pâte de ciment. On observe que la perte de masse augmente quand la taille des granulats diminue. Nous obtenons une relation linéaire entre la perte de masse (de 105°C à 475°C) et la taille moyenne des granulats du sable recyclé. Ces résultats sont en accord avec les résultats de la littérature, notamment ceux de Zhao [3].

- Détermination du coefficient d'absorption d'eau

Les essais ont montrés que le coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé est plus important que celui du sable naturel.

Les résultats obtenus dépendent de la méthode employée. La méthode normalisée EN 1097-6 sous-estime l'absorption d'eau du SR. Par contre, la méthode IFSTTAR N78 et Evaporométrie surestiment l'absorption d'eau du SR. La méthode indirecte, par extrapolation, donne une valeur intermédiaire. Cette méthode est basée sur la connaissance

II-3.4 Mesure d'absorption d'eau du sable recyclé

de la proportion des fractions granulaires et de leur absorption d'eau. L'absorption d'eau des fractions fines ($d < 0.8\text{mm}$) est extrapolée à partir des fractions grossières ($d > 0.8\text{mm}$). Cette méthode donne les valeurs d'absorption d'eau des sables recyclés de 9.0% et 9.6%, respectivement pour SR_1 et SR_2. Ces dernières valeurs sont donc utilisées par la suite pour étudier l'influence de l'état de saturation sur le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers.

Sommaire

III-1.	INTRODUCTION	79
III-2.	MATERIAUX ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	79
III-2.1.	<i>Procédure de fabrication des mortiers</i>	79
III-2.2.	<i>Procédure de mesure de la maniabilité</i>	80
III-3.	RESULTATS ET DISCUSSIONS	81
III-3.1.	<i>Comparaison de la maniabilité de mortier contenant du sable naturel (SN) et du sable recyclé (SR_2)</i>	82
III-3.2.	<i>Influence de la granulométrie des granulats sur la maniabilité des mortiers</i>	86
III-3.3.	<i>Influence de l'état saturation des granulats sur la maniabilité des mortiers.</i>	89
III-4.	CONCLUSIONS.....	97

III-1. Introduction

Ce chapitre présente l'étude réalisée sur le comportement à l'état frais des mortiers contenant du sable recyclé. Nous exposons dans un premier temps les protocoles expérimentaux utilisés, puis nous présentons les résultats obtenus. L'objectif principal de ce travail est d'étudier le lien entre l'absorption d'eau et la maniabilité des mortiers. Nous nous intéressons en particulier à l'influence de l'état de saturation initial des granulats recyclés sur leur comportement à l'état frais.

Cette étude a été menée en trois étapes. Dans un premier temps, les maniabilités de mortiers contenant du sable naturel ou du sable recyclé de même granulométrie sont comparées pour deux états de saturations différents (sec ou sursaturé). Ensuite, nous avons regardé l'influence de la granulométrie du sable sur la maniabilité puis l'influence de l'état de saturation initial des granulats recyclés et du temps de pré-saturation.

III-2. Matériaux et protocoles expérimentaux

Les sables et le ciment utilisés dans cette partie sont ceux que nous avons étudiés dans le chapitre 2. Dans toute la suite, sauf mention contraire, les coefficients d'absorption d'eau utilisés pour le calcul de l'eau efficace des mortiers sont respectivement de 0.5%, 9% et 10% pour le sable naturel (SN), le sable recyclé 1 (SR_1) et le sable recyclé 2 (SR_2). L'absorption d'eau du sable naturel est obtenue par la méthode normalisée EN 1097-6. Par contre, les valeurs d'absorption d'eau des sables recyclés sont obtenues par la méthode par extrapolation.

III-2.1. Procédure de fabrication des mortiers

Dans tous les mortiers étudiés dans ce chapitre, les sables utilisés à l'état humide sont pré-saturés selon le mode suivant :

- Le sable à l'état sec (*séchage préalable à l'étuve à 105°C*) est mis en bidon étanche avec une quantité d'eau donnée (W%),
- Le bidon est ensuite roulé doucement 20 fois aller-retour horizontalement pour homogénéiser le mélange,

- Puis, le bidon est conservé dans une salle climatisée à 20°C pendant un temps correspondant à chaque formulation. Tous les 2 jours, le bidon est mélangé à nouveau en le roulant doucement 20 fois aller-retour horizontalement.



Figure 50 : Procédure de pré-saturation des sables

La procédure de malaxage suit la norme EN 196-1 [91] (voir Tableau 15). Les constituants (ciment, eau, sable) et les matériels sont stockés dans une salle climatisée à 20±2°C au moins 24h avant fabrication des mortiers. Tous les essais sont ensuite réalisés dans la même salle climatisée.

Tableau 15 : Séquence de malaxage des mortiers (selon la norme EN 196-1)

Opération	Introduction de l'eau	Introduction du ciment		Introduction du sable		Raclage de la cuve		
Durée			30s	30s	30s	15s	1min 15s	60s
Etat du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente		Vitesse rapide	Arrêt		Vitesse rapide

Dans la procédure de malaxage, le temps T_0 correspond à la fin de l'introduction du ciment dans l'eau de gâchage (Tableau 15). Pour le sable utilisé à l'état sec, la quantité d'eau totale (l'eau d'absorption et l'eau efficace) est introduite à T_0 . Par contre, pour les sables pré-saturés, la quantité d'eau versée à T_0 correspond à la quantité d'eau totale moins la quantité d'eau de pré-saturation du sable introduite dans le bidon.

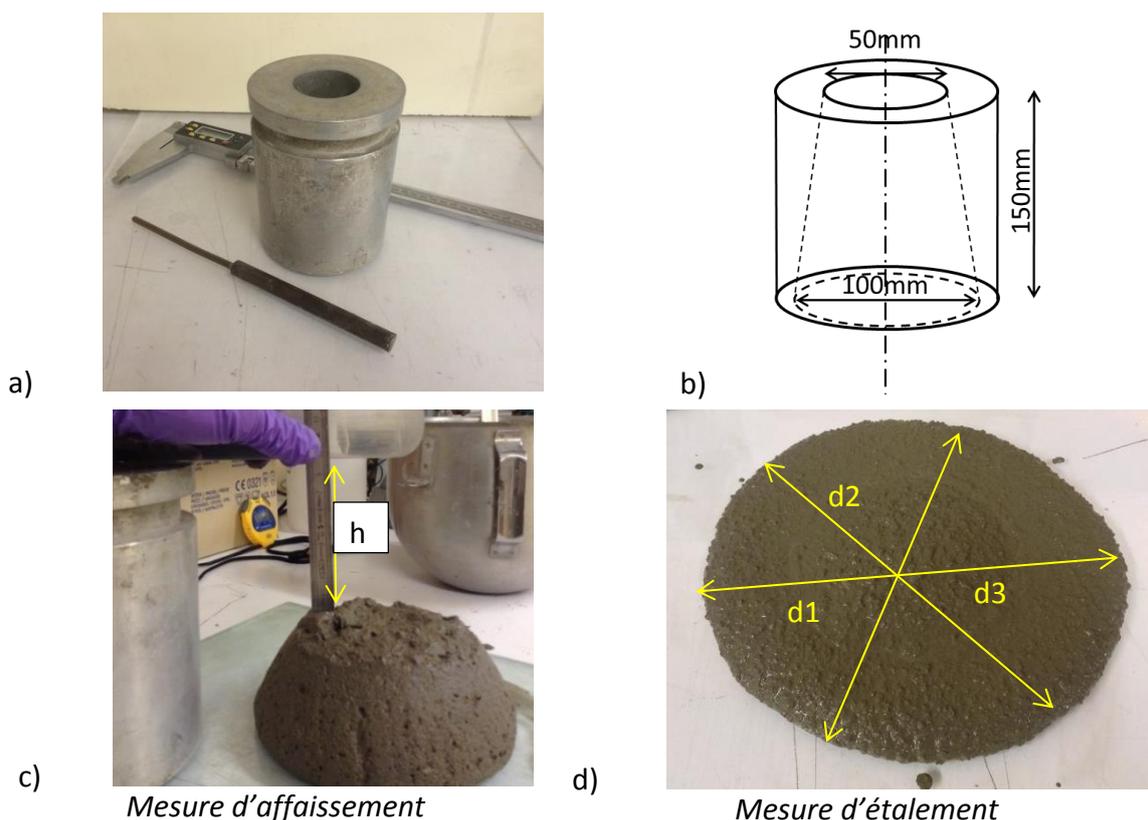
De plus, la masse de chaque bidon est déterminée à vide et après avoir versé le sable dans le malaxeur. La différence entre les deux valeurs indique la quantité de sable et d'eau collée sur les parois du bidon de pré-saturation.

III-2.2. Procédure de mesure de la maniabilité

III-2.2 Procédure de mesure de la maniabilité

Le mode de mise en place et de mesure de l'affaissement et de l'étalement suit la procédure décrite par la référence [92]. La maniabilité du mortier est mesurée par un essai au cône MBE (« Mortier de Béton Équivalent ») qui est présenté dans la Figure 51.

Le temps de mise en place, c'est à-dire le temps séparant l'arrêt du malaxeur et le soulèvement du cône, est de 1 minute 30. Le cône est rempli en 3 couches de volumes semblables et piquées 15 fois chacune. La surface supérieure du cône est ensuite arasée pour éliminer le mortier en excès. Le cône est soulevé en ± 2 secondes le plus verticalement possible. On mesure l'étalement selon trois diamètres avec le pied à coulisse ou l'affaissement au niveau du point le plus haut. Après chaque mesure, le mortier est remis dans le bol du malaxeur. Le bol est couvert d'un film plastique afin d'éviter l'évaporation de l'eau. Avant chaque nouvelle mesure, le mortier est malaxé à nouveau à petite vitesse pendant 15 secondes.



a) matériels pour mesurer la maniabilité du mortier

b) dimensions du cône MBE

Figure 51 : Cône MBE pour mesurer la maniabilité du mortier (affaissement ou étalement)

III-3. Résultats et discussions

Dans cette partie, les résultats expérimentaux sont présentés et discutés. Trois séries de mortiers sont définies pour répondre aux objectifs rappelés en introduction : la 1^{ère} série est utilisée afin de comparer la maniabilité des mortiers à base de sable naturel (SN) et de sable recyclé (SR_2) ; la 2^{ème} série est formulée afin d'étudier l'influence de la granulométrie du sable recyclé sur la maniabilité des mortiers; la 3^{ème} série est fabriquée afin d'étudier l'influence de l'état de saturation des granulats et du mode de pré-saturation sur la maniabilité des mortiers et de chercher le lien entre l'absorption des granulats et la maniabilité des mortiers.

III-3.1. Comparaison de la maniabilité de mortier contenant du sable naturel (SN) et du sable recyclé (SR_2)

Dans cette partie, on utilise deux sables de même granulométrie (sable naturel et sable recyclé recomposé SR_2) dans deux états de saturation différents (sec ou saturé). La composition des mortiers est présentée dans le Tableau 16. Dans tous les cas, le volume de sable (naturel ou recyclé SR_2) dans le mortier est identique. La dénomination des mortiers est la suivante : type de sable (SR_2 ou SN) - rapport E_{eff}/C - état de saturation (s : sec ou SS : saturé). Par exemple, le mortier SR_2-0.6-SS signifie un mortier contenant le sable recyclé recomposé SR_2 avec un rapport E_{eff}/C visé de 0.6 et un sable saturé.

Tableau 16 : Composition des mortiers

Nomination	Ciment (g)	Sable à l'état sec (g)	Eau efficace (g)	Eau d'absorption (g)	Eau de pré saturation (g)
SN-0.6-s	450	1350	270	6.8	0
SN-0.6-SS	450	1350*	270	6.8	141.8
SN-0.65-s	450	1350	292.5	6.8	0
SN-0.65-SS	450	1350*	292.5	6.8	141.8
SR_2-0.6-s	450	1155	270	115.5	0
SR_2-0.6-SS	450	1155*	270	115.5	231
SR_2-0.65-s	450	1155	292.5	115.5	0
SR_2-0.65-SS	450	1155*	292.5	115.5	231
SR_2-0.65-s'	450	1155	292.5	160.5**	0
SR_2-0.65-SS'	450	1155*	292.5	160.5**	231

*:pré-saturation avec une quantité d'eau $w=20\%$ dans le bidon pendant 1 semaine avant la fabrication

** : coefficient d'absorption d'eau utilisé = 14%

La Figure 52 montre la variation de l'affaissement des mortiers en fonction du temps. Quel que soit le type de sable (naturel ou recyclé), on observe une diminution de l'étalement

III-3.1 Comparaison de la maniabilité de mortier contenant du sable naturel (SN) et du sable recyclé (SR_2)

en fonction du temps. De plus, pour un type de sable et un rapport E/C donnés, la maniabilité des mortiers contenant du sable sec est presque toujours supérieure à celle des mortiers contenant du sable saturé (la seule exception concerne les mortiers SR_2-0.65 aux deux premières échéances, mais les différences dans ce cas sont très faibles au regard de la précision de la mesure d'affaissement). Ce résultat confirme celui obtenu par Zhao [3]. Il faut noter ici que, pour un rapport E_{eff}/C donné, la composition du mortier de sable à l'état sec ou sursaturé est identique. Cependant, dans le cas des sables à l'état sursaturé, toute l'eau d'absorption se trouve initialement dans la porosité interne des grains. A T_0 , seule l'eau efficace est présente dans la pâte de ciment. Par contre, dans le cas des sables à l'état sec, à T_0 , toute l'eau d'absorption et l'eau efficace est présente dans la pâte de ciment. L'eau d'absorption augmente ainsi le rapport E_{eff}/C et également le volume de pâte de ciment à T_0 par rapport à la formulation initiale. Ceci augmente la maniabilité du mortier.

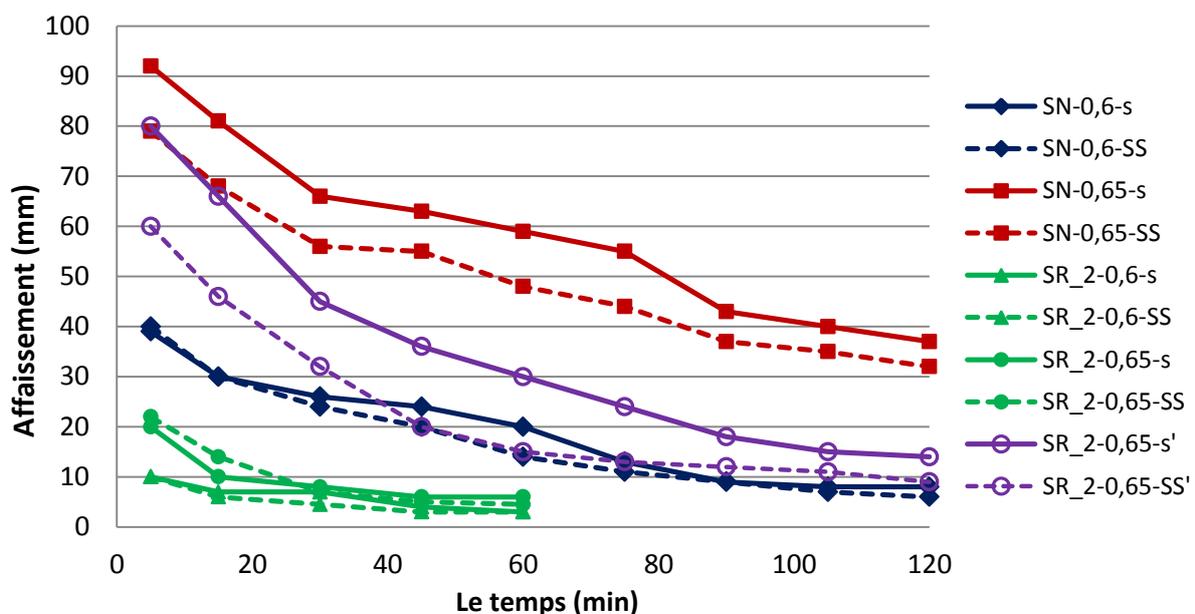


Figure 52 : Comparaison de la maniabilité des mortiers de sable naturel et recyclé

On observe également que, pour un même rapport E_{eff}/C (théorique) et un même état de saturation, la maniabilité des mortiers contenant du sable naturel est beaucoup plus grande que celle des mortiers de sable recyclé. Les compositions théoriques des mortiers de sable naturel et recyclé sont très proches. Les deux sables utilisés ont en effet les mêmes granulométries, mêmes volumes, quantités de ciment et d'eau efficace (théorique). Ainsi, les différences de maniabilité entre les deux matériaux peuvent-elles provenir de la géométrie des particules (qui pourraient être plus anguleuses et plus rugueuses pour le sable recyclé

(voir Figure 53 et chapitre II: II-3.2.3)), d'une plus faible masse volumique du sable recyclé par rapport celle du sable naturel, d'une mauvaise estimation de l'eau absorbée dans le sable recyclé, ou peut-être d'un effet chimique dû à la présence de la pâte de ciment adhérente. Nos résultats ne permettent pas de trancher entre ces hypothèses.

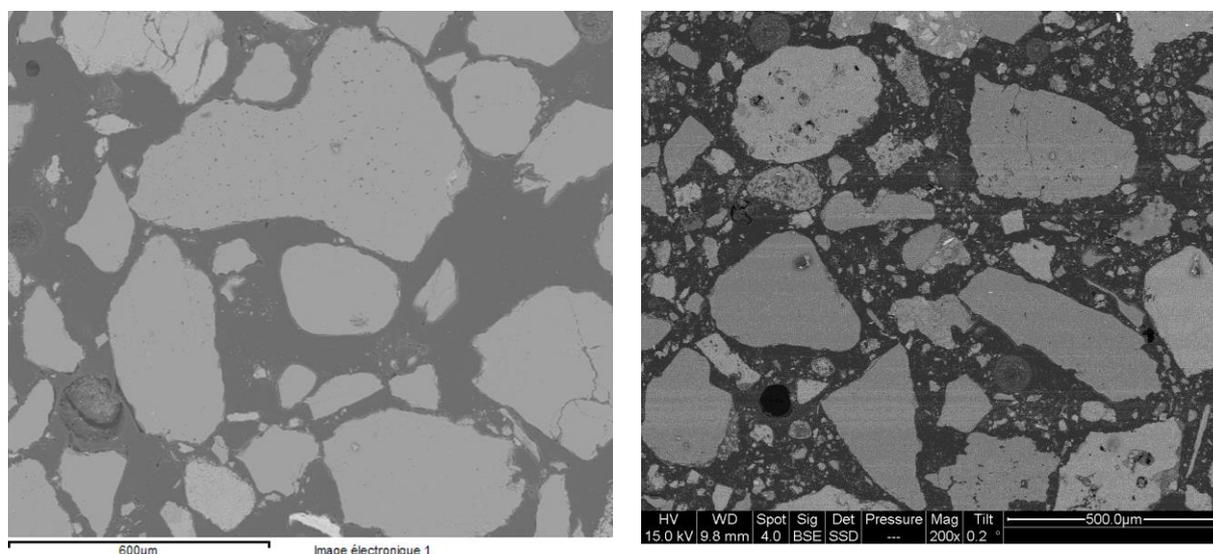


Figure 53 : Image MEB des sables (à gauche : sable naturel SN ; à droite : sable recyclé SR_1)



SR_2-0.6-S



SR_2-0.65-S

Figure 54 : Exemple de mesure d'affaissement du mortier de SR_2

On note également, dans le cas des mortiers contenant du sable recyclé, que l'affaissement au cône est très faible, quelle que soit la composition du mortier. Cette maniabilité réduite conduit en particulier à des difficultés de remplissage du cône MBE (voir Figure 54) qui pénalisent la précision et la répétabilité de la mesure. De plus, les différences minimales de maniabilité observées au cours du temps, ou pour des états de saturation différents, ne permettent pas de mettre clairement en évidence les influences respectives de ces paramètres. Pour toutes ces raisons, les compositions des mortiers ont été modifiées

III-3.1 Comparaison de la maniabilité de mortier contenant du sable naturel (SN) et du sable recyclé (SR_2)

dans la suite de l'étude de manière à pouvoir observer plus finement les influences des paramètres étudiés sur la maniabilité des mortiers.

Comme nous le verrons dans la suite de ce chapitre, les mesures de maniabilité nous ont amené à remettre en cause la valeur du coefficient d'absorption mesuré dans le chapitre précédent. Nous avons donc formulé deux mortiers supplémentaires avec le sable SR_2 sec ou saturé, en fixant le rapport E_{eff}/C à 0.65 et en considérant un coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé SR_2 de 14% (la raison de ce choix sera détaillée dans la suite du chapitre). La dénomination des deux mortiers est SR_2-0.65-s' et SR_2-0.65-SS' respectivement le mortier contenant du sable recyclé SR_2 à l'état sec (s') et à l'état sursaturé (SS'). La composition de ces deux mortiers est présentée également dans le Tableau 16.

Les mesures de l'affaissement de ces deux mortiers en fonction du temps sont présentées également dans la Figure 52. On constate que pour cette composition, la maniabilité du mortier contenant du sable recyclé SR_2 est mesurable et comparable à celle du mortier à base de sable naturel ayant le même rapport E_{eff}/C (0.65). La maniabilité du mortier contenant du sable recyclé SR_2 avec $WA_{24h}=14\%$ est toutefois significativement moins importante que celle du mortier à base de sable naturel de même rapport $E_{\text{eff}}/C=0.65$. Il semblerait donc que la méconnaissance du coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé ne soit pas la seule cause de la perte de maniabilité des mortiers de sable recyclés. La géométrie des particules (forme et rugosité de surface) a également une influence significative sur le comportement à l'état frais.

On observe également dans la Figure 52 que, en fonction du temps, la perte de maniabilité du mortier contenant du SR_2 est plus importante que celle du mortier à base du sable naturel. Cette perte plus rapide de maniabilité pourrait être due à l'absorption d'eau au cours du temps du sable recyclé.

Conclusions :

- La maniabilité du mortier à base de sable naturel est plus importante que celle du mortier contenant du sable recyclé de même granulométrie que le sable naturel.

- Au cours du temps, la maniabilité des mortiers diminue, en raison des réactions d'hydratation du ciment responsable d'un raidissement de la pâte et probablement aussi de l'absorption d'eau des granulats recyclés.
- L'influence sur le comportement à l'état frais (la maniabilité) du mortier contenant du sable recyclé est non seulement due à l'absorption d'eau et des réactions d'hydratation du ciment. Probablement, la maniabilité du mortier peut être influencée par la géométrie des granulats (forme et rugosité de surface).

A composition identique, quel que soit le type de sable (naturel ou recyclé), la maniabilité du mortier à base de sable à l'état sec est plus importante que celle du mortier à base de sable à l'état sursaturé. Cette différence peut être attribuée à une présence d'eau à T0 plus importante dans le cas du sable sec par rapport au sable sursaturé. Cette différence de quantité d'eau conduit à une fluidification du mortier plus importante

III-3.2. Influence de la granulométrie des granulats sur la maniabilité des mortiers

Nous avons vu dans le paragraphe précédent que la maniabilité des mortiers étudiés était assez faible et permettait difficilement de mettre en évidence l'influence de l'état de saturation initial du sable recyclé sur l'évolution de la maniabilité. Nous avons donc cherché à modifier la composition des mortiers de manière à obtenir des valeurs plus discriminantes (étalement plutôt qu'affaissement).

La maniabilité de mortiers fabriqués avec le sable recyclé du PN Recybéton (sable similaire à notre sable SR_1 non recomposé) a également été étudiée dans d'autres laboratoires français. Laneyrie [93] a notamment mesuré l'étalement au cône MBE de mortiers contenant le sable du PN avec la composition présentée dans le Tableau 17. La maniabilité de ce mortier était beaucoup plus élevée que celle des mortiers précédents puisque l'auteur a obtenu des étalements de 26 cm de diamètre avec cette composition. Nous avons donc réalisé une seconde série de mortiers plus fluides en augmentant le rapport E_{eff}/C et en utilisant nos deux sables recyclés (SR_1 et SR_2) afin d'étudier plus précisément l'influence de la granulométrie du sable sur le comportement à l'état frais des mortiers. La composition des mortiers est présentée dans le Tableau 18. Les mortiers à base de sables recyclés SR_1 et SR_2 sont notés respectivement M_SR1 et M_SR2. Les sables sont pré-saturés en bidon pendant 1 semaine avec une quantité d'eau de $WA_{24h}+10\%$. Dans cette

III-3.2 Influence de la granulométrie des granulats sur la maniabilité des mortiers

étude, la composition des deux mortiers est identique, la seule différence vient de la granulométrie (Figure 28, chapitre II), l'étendue granulaire du sable SR_2 étant significativement plus faible que celle de SR_1.

Tableau 17 : Composition du mortier pour évaluer la maniabilité au L2MGC [93]

Ciment	(g)	450
Sable recyclé	(g)	1057
E_{eff}/C		0.7
WA_{24h}	(%)	12*
Mode de pré-saturation :	<ul style="list-style-type: none"> • Immersion 24h • Ajout de la quantité d'eau absorption, conservé en bidon pendant 24h 	

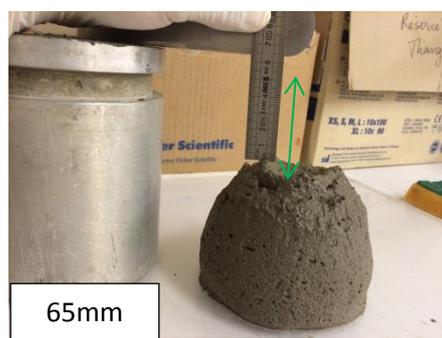
* : obtenue par la mesure sur entonnoir Büchner à 24 h [93]

Tableau 18 : Composition des mortiers pour évaluer l'influence de la granulométrie sur la maniabilité

Nomination	E_{eff}/C	Ciment	Sable à état sec	WA_{24h} estimée **	Eau efficace	Eau Totale	Eau de pré saturation
		(g)	(g)	(%)	(g)	(g)	(g)
M_SR1	0.73	450	1155*	9.0	328.5	432.5	231
M_SR2	0.73	450	1155*	10.0	328.5	444.0	231

** : pré-saturation en bidon avec une quantité d'eau de 20% de masse du sable à l'état sec pendant 1 semaine

* : cette valeur est utilisée afin de calculer la quantité d'eau totale de chaque gâchée



65mm

M_SR2

$E_{\text{eff}}/C=0.73$

Résultat obtenu: affaissement=65mm



256mm

M_SR1

$E_{\text{eff}}/C=0.73$

Résultat obtenu: étalement=256mm

Figure 55 : Résultats de mesure de la maniabilité

La Figure 55 montre les deux mortiers après réalisation de l'essai d'affaissement au cône MBE. On constate que le mortier à base de sable SR_1 est beaucoup plus maniable que celui contenant du sable SR_2, malgré un rapport E_{eff}/C identique. La granulométrie du sable recyclé a donc une influence déterminante sur la maniabilité. Ce résultat était attendu, on sait en effet que la granulométrie du squelette granulaire impacte de manière déterminante sa compacité et influence fortement le comportement à l'état frais des mortiers et des bétons [94].

La compacité des squelettes granulaires des deux sables recyclés SR_1 et SR_2 a été calculée ensuite en utilisant l'équation suivante pour les granulats concassés [95] :

$$g^* = 1 - 0.45 * \left(\frac{d_{min}}{D_{max}} \right)^{0.19} \quad \text{Équation 3}$$

Où :

d_{min} : correspond à la taille du tamis où 10% des particules sont passées

D_{max} : correspond à la taille du tamis où 90% des particules sont passées

Tableau 19 : Comparaison de la compacité du squelette granulaire des deux sables recyclés (SR_1 et SR_2)

	d_{min} (10% passé)(mm)	D_{max} (90% passé)(mm)	d_{min}/D_{max}	g^*
SR_1	0.16	3.15	0.05	0.745
SR_2	0.20	1.25	0.16	0.682

Les résultats sont présentés dans le Tableau 19. On constate que la compacité du squelette granulaire du SR_1 est plus importante que celle du SR_2. Comme les deux mortiers ont le même volume de pâte de ciment, le mortier contenant de SR_1 (plus compact) est donc plus maniable car il présente un desserrement par la pâte plus important que celui de SR_2.

Conclusions :

Dans cette étude, la composition des mortiers est identique, la seule différence vient de la granulométrie des sables utilisés. Une différence très significative de la maniabilité du mortier a été trouvée. A partir de cette étude, on peut conclure que la granulométrie du

sable recyclé influence significativement la maniabilité des mortiers et qu'à volume de pâte équivalent le sable le plus compact conduit au mortier le plus maniable

III-3.3. Influence de l'état saturation des granulats sur la maniabilité des mortiers

L'étude précédente a montré que le mortier contenant le sable recyclé SR_1 est plus maniable que celui contenant SR_2. Une mesure d'étalement est plus reproductible et représentative du comportement à l'état frais du mortier. Nous avons donc décidé de travailler, dans la suite de l'étude, avec le sable recyclé SR_1.

Tableau 20 : Composition du mortier en variant le temps de pré-saturation

Masse de sable SR_1 à l'état sec	(g)	1155
Coefficient d'absorption d'eau	(%)	9.0 ¹
Masse de ciment	(g)	450
Rapport E _{eff} /C		0.73
Temps de pré-saturation : 1, 2, 3, 7 et 14 jours		
Teneur en eau de pré-saturation ² : W=10% et 20%		

1 : obtenue par la méthode par extrapolation (chapitre II)

2 : pourcentage par rapport la masse du sable à l'état sec

Tableau 21 : Composition des mortiers contenant du sable recyclé SR_1 en variant la teneur en eau de pré-saturation

Masse de sable SR_1 à l'état sec	(g)	1155
Coefficient d'absorption d'eau	(%)	9.0 ¹
Masse de ciment	(g)	450
Rapport E _{eff} /C		0.73
Temps de pré-saturation : 2 semaines		
Teneur en eau de pré-saturation ² : W=0%; 6% ÷ 12%; 14%; 16%; 18%; 20%; 30%		

1 : obtenue par la méthode par extrapolation (chapitre II)

2 : pourcentage par rapport la masse du sable à l'état sec

La teneur en eau de pré saturation (W) utilisée par la suite est le rapport entre la quantité d'eau ajoutée dans le bidon et la masse à l'état sec du sable recyclé SR_1. Dans cette partie, dans un premier temps, la teneur en eau de pré-saturation est fixée à W= 10% ou 20% et on fait varier le temps de pré-saturation de 1, 2, 3, 7 et 14 jours. La composition du mortier est présentée dans le Tableau 20. Dans un deuxième temps, le temps de pré-saturation est fixé

à 14 jours pour assurer l'état d'équilibre hydrique dans le bidon et les sables sont pré-saturés progressivement avec la quantité d'eau W% (de 0% à 30%). Le Tableau 21 présente la composition du mortier à base de sable recyclé SR_1.

Le rapport E_{eff}/C utilisé est de 0.73. Il faut noter que tous les mortiers ont une composition identique (voir Tableau 20 et Tableau 21). La seule différence entre les mortiers réside dans le temps de pré-saturation du sable ou le degré de saturation du sable. Cela nous permet d'étudier l'influence du temps de pré-saturation et de l'état de saturation des granulats sur la maniabilité des mortiers. La masse résiduelle dans les bidons de pré-saturation est enregistrée après chaque fabrication.

a. Maniabilité – Temps de pré-saturation des granulats

La Figure 56 montre la variation de l'étalement des mortiers et de la masse résiduelle du bidon en fonction du temps de pré-saturation. On peut constater dans cette figure une diminution de l'étalement quand le temps de pré-saturation du sable augmente. La variation de l'étalement est faible pour W=10%. Cette variation est plus importante pour W=20%. La chute de maniabilité est remarquable en fonction du temps de pré-saturation jusqu'à 3 jours. Au-delà de 3 jours de pré-saturation, la maniabilité reste quasi identique, on peut supposer que l'état hydrique des sables dans les bidons est atteint entre 3 et 7 jours.

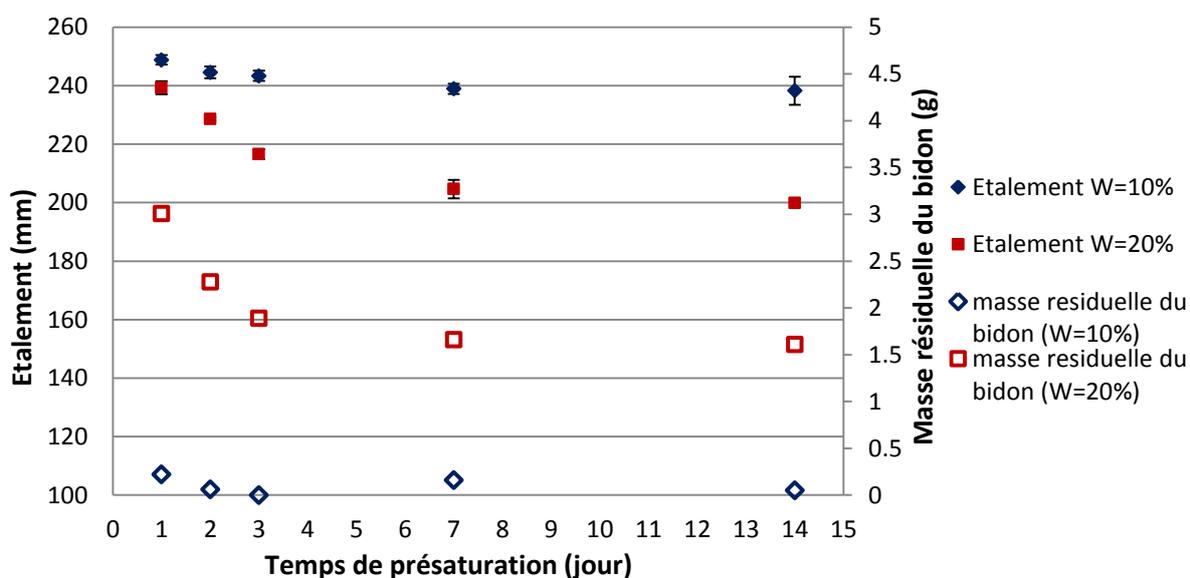


Figure 56 : Maniabilité à T0+5min du mortier et masse résiduelle du bidon en fonction du temps de pré-saturation du sable

La maniabilité diminue quand la quantité d'eau libre présente dans la pâte de ciment diminue. La quantité d'eau libre dépend la quantité d'eau absorbée par les granulats car la quantité d'eau totale est identique pour tous les mortiers. Donc, la chute de maniabilité et le palier de maniabilité peuvent être attribués à la cinétique d'absorption d'eau du sable recyclé.

La Figure 56 montre que la masse résiduelle du bidon dans le cas $W=10\%$ est quasi nulle. Cependant, cette valeur est plus importante dans le cas $W=20\%$. En plus, on observe que la masse résiduelle diminue lorsque le temps de pré-saturation augmente. Ce point sera discuté plus en détail dans la partie suivante. On constate également que la variation de cette masse avec le temps de pré-saturation est corrélée avec la mesure d'étalement du mortier.

b. Maniabilité – Effet de l'état de saturation initial des granulats

La Figure 57 montre la variation de l'étalement des mortiers à T_0+5 minutes et de la masse du bidon en fonction de la teneur en eau de pré-saturation. Selon cette figure, l'étalement du mortier diminue quand la quantité d'eau de pré-saturation augmente. De plus, une chute importante d'étalement pour des teneurs en eau supérieures à 11% est observée. Au-delà de $W=11\%$, la diminution de l'étalement en fonction de la teneur en eau de saturation n'est plus aussi importante. Un premier palier d'étalement est atteint à $W=14\%$ et un autre palier à $W=18\%$. Dans ces essais, le temps de pré-saturation en bidons est de deux semaines. Compte tenu des résultats précédents (stabilisation de la maniabilité après seulement 7 jours de saturation en bidons), on peut supposer d'une part que les granulats pré-saturés sont complètement homogènes et d'autre part que les granulats absorbent la totalité de l'eau de pré-saturation quand W est inférieure ou égale à W_A . Au-delà de W_A , les granulats sont sursaturés.

Lorsque le sable est utilisé à l'état sec, la totalité de l'eau efficace et de l'eau d'absorption est ajoutée à T_0 dans le malaxeur. La quantité d'eau disponible pour la fluidification du mélange est donc maximale et l'étalement est très élevé.

Lorsque le sable est pré-saturé avec une teneur en eau (W) inférieure à sa capacité d'absorption (W_A), toute l'eau de pré-saturation pourrait être absorbée par le sable au cours des deux semaines de conservation en bidon. Nous avons vu précédemment que l'équilibre

hydrique des sables était obtenu entre 3 et 7 jours. A T_0 , la totalité de l'eau efficace ainsi que le reste de l'eau d'absorption sont ajoutées dans le malaxeur. La quantité d'eau disponible pour la fluidification du mélange est ainsi inférieure au mortier réalisé avec le sable sec, mais elle reste tout de même supérieure à la quantité d'eau efficace théorique. La quantité d'eau disponible va, dans ce cas, être d'autant plus faible que la teneur en eau de pré-saturation W est élevée. Ainsi, l'étalement des mortiers diminue lorsque W augmente.

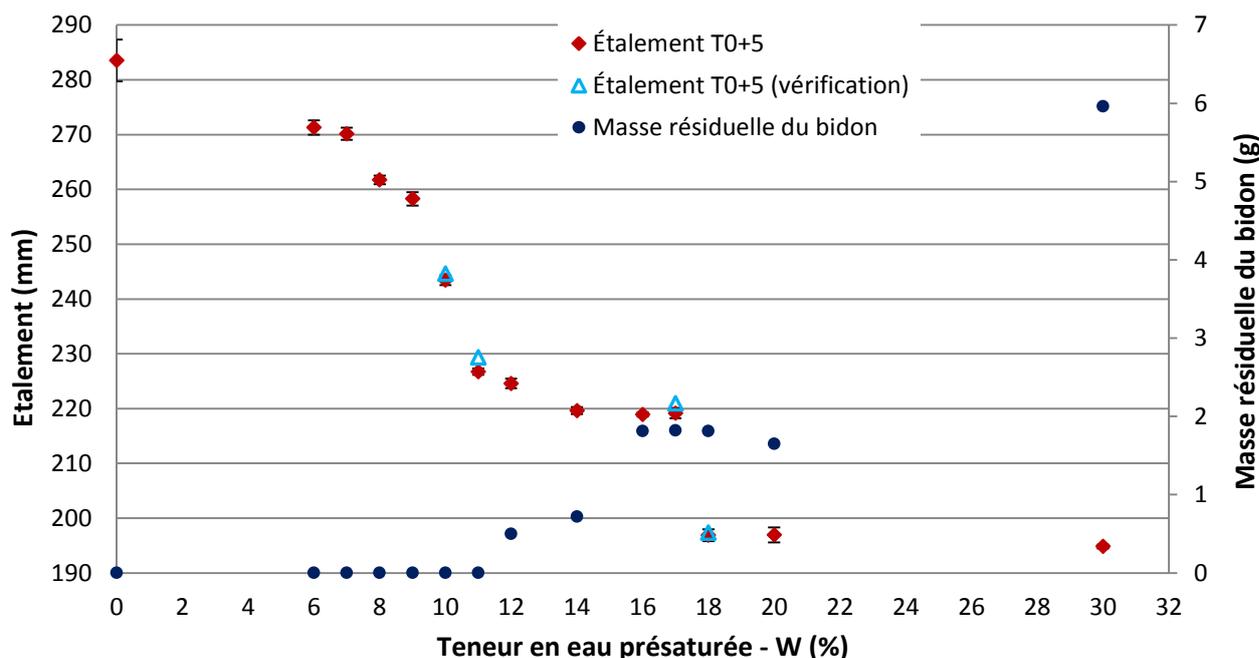
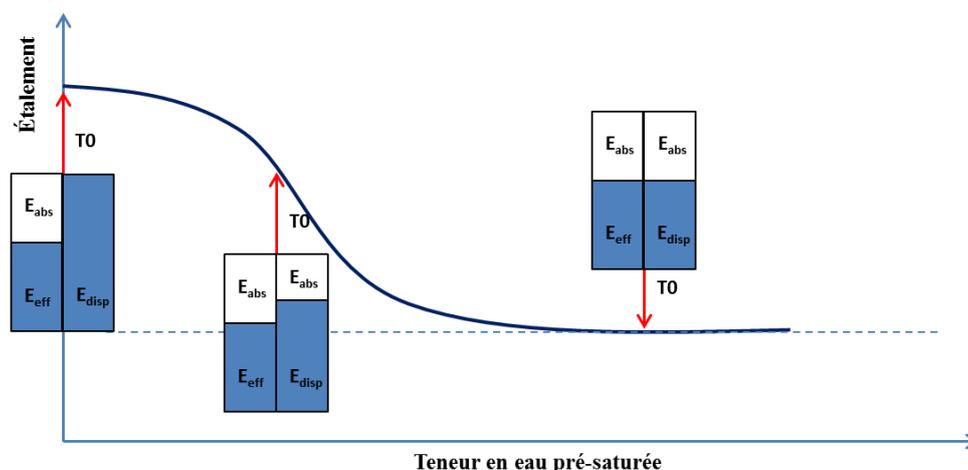


Figure 57 : Étalement à T_{0+5} et masse résiduelle du bidon de pré-saturation

Lorsque la teneur en eau de pré-saturation W atteint, puis dépasse, la capacité d'absorption d'eau W_A du sable, l'eau ajoutée dans le malaxeur à T_0 sera égale ou inférieure à la quantité d'eau efficace théorique. Toutefois, pour des teneurs en eau de pré-saturation supérieures à la capacité d'absorption du sable, nous pouvons supposer qu'une certaine quantité d'eau (égale à $W - W_{A24h}$) va rester dans l'espace interstitiel entre les grains de sable au cours de la pré-saturation, cette eau sera par la suite remobilisée dans le malaxeur. Ainsi, même lorsque W est supérieur à W_A , la quantité d'eau disponible pour la fluidification du mortier doit rester constante, ainsi que l'étalement des mortiers.

Le palier observé sur la Figure 57 à partir de $W=14\%$ pourrait correspondre à une saturation des granulats. Cependant, un second palier est observé à partir de $W=18\%$. Nous n'avons pas, pour le moment, d'explication concernant l'origine de ce palier. Il pourrait être

attribué à un effet chimique lié à la dissolution des ions de la pâte de ciment adhérente dans l'eau de pré-saturation en excès qui pourrait modifier la rhéologie des mortiers.



E_{abs} : eau absorption ; E_{eff} : eau efficace ; E_{disp} : eau disponible dans la pâte de ciment

Figure 58 : Illustration de la relation entre quantité d'eau absorbée par les granulats et l'étalement du mortier

La Figure 57 montre également que la masse résiduelle de sable dans les bidons de pré-saturation reste quasi nulle jusqu'à $W=11\%$. Cette masse résiduelle augmente ensuite légèrement entre 11% et 14% , puis une augmentation plus significative est observée pour $W=16\%$. Au-delà, la masse résiduelle reste constante. Cette masse résiduelle traduit la présence de forces capillaires qui collent une partie du sable humide sur les parois des bidons. La Figure : 59 montre plusieurs bidons, après vidange dans le malaxeur, pour différentes valeurs de la teneur en eau de pré-saturation. Selon cette figure, une concentration plus importante de particules collantes sur la paroi du bidon à $W=18\%$ est observée. Ces résultats peuvent permettre de faire un parallèle avec la norme Américaine ASTM C128-04 [38]. Dans cette norme, une méthode alternative proposée pour mesurer l'état SSS des sables riches en fines consiste à déposer le sable sur une surface plane, sèche, propre et non-absorbante afin de détecter les traces d'humidité. Ces résultats de masse résiduelle suggèrent donc que, au moins jusqu'à $W=11\%$, toute l'eau de pré-saturation est absorbée dans la porosité interne des grains de sable, sans qu'il persiste une quantité d'eau significative dans le milieu poreux interstitiel.

Pour confirmer ces résultats, une autre campagne d'essai a été réalisée dans le cadre d'un projet d'élèves de 2^{ème} année du département GCE de l'Ecole des Mines de Douai. Les

résultats obtenus sont présentés dans l'annexe 4. Cette fois, on obtient un palier d'étalement à $W=14\%$ mais le deuxième palier à $W=18\%$ n'est pas observé.

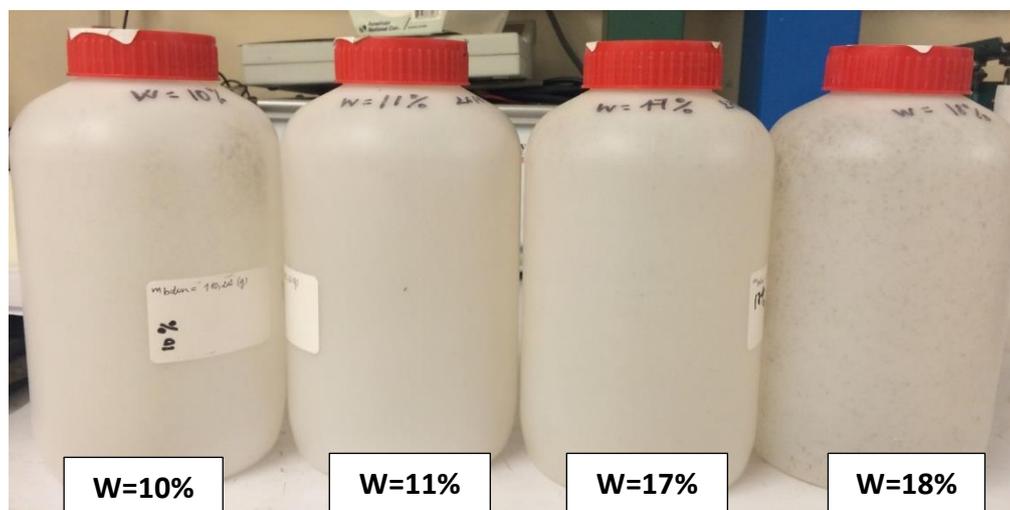


Figure : 59 Bidons de pré-saturation après avoir versé le sable dans le malaxeur ($W=10 ; 11 ; 17 ; 18\%$)

Les résultats de masse résiduelle et de maniabilité indiquent que, pour le mode de pré-saturation utilisé, le coefficient d'absorption d'eau du sable pourrait être compris entre 11% et 14%. Cette valeur est significativement plus élevée que celle obtenue précédemment avec la méthode par extrapolation. Une saturation en phase vapeur, comme celle qui prévaut dans les bidons, pourrait conduire à une saturation plus complète de la porosité interne des grains de sable qu'une immersion complète, qui pourrait piéger une partie de l'air dans la porosité.

Suite aux résultats obtenus, nous avons décidé d'utiliser la méthode par extrapolation pour mesurer l'absorption d'eau des différentes fractions granulaires en utilisant le mode de pré-saturation en bidon. Chacune des trois fractions grossières (2.5/4 mm, 1.6/2.5 mm, 0.8/1.6 mm) ont ainsi été pré-saturées avec une teneur en eau $W=12\%$ pendant 2 semaines.

Les résultats d'extrapolation d'absorption des fractions fines sont présentés dans le Tableau 22. Dans ce tableau, on observe une augmentation légère de l'absorption d'eau par rapport aux résultats obtenus par le mode de pré-saturation 24h sous eau. Mais ces valeurs restent inférieures à celles obtenues à partir des mesures de maniabilité et de masse résiduelle (entre 11 et 14%). Une autre campagne de pré-saturation avec $W=16\%$ pendant 1 semaine a été faite. Les résultats obtenus sont très similaires à ce qu'on obtient d'ici (voir annexe 4).

Tableau 22 : Absorption d'eau du SR_1 obtenue par la méthode par extrapolation en utilisant le mode de pré-saturation en bidon

Fraction granulaire (mm)	2.5/4	1.6/2.5	0.8/1.6	0.5/0.8	0/0.5	WA du SR_1 0/4 mm (%)
Proportion des fractions de SR_1 (%)	20	18	20	12	30	
Perte de masse ML_105-475 (%)	2.30	2.50	2.69	2.73	2.96	
W=12% 2 semaines WA (%) (EN 1097-6)	8.1	8.5	9.7	9.7	10.6	9.4
WA (%) (IFSTTAR N78)	8.0	8.5	9.8	9.9	10.9	9.5
				<i>Valeur WA extrapolée</i>	<i>Valeur WA extrapolée</i>	<i>Valeur WA calculée</i>

Dans la discussion précédente, on a supposé que les granulats absorbent toute l'eau de pré-saturation quand W est inférieur à WA. En réalité, il pourrait exister des agglomérats de fines particules, piégeant une certaine quantité d'eau libre, sans que cette dernière ne soit absorbée par les grains. Cette quantité d'eau pourrait ensuite être remobilisée pour la fluidification du mortier lors du malaxage. La quantité d'eau absorbée serait dans ce cas inférieure à W.

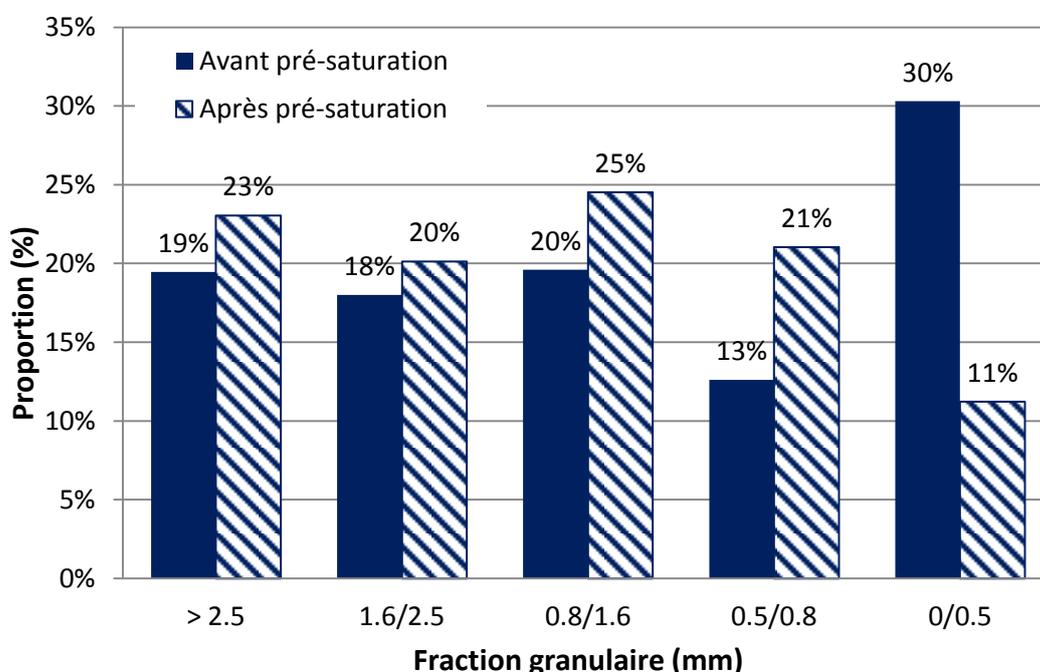


Figure 60 : Proportions des fractions granulaires avant et après pré-saturation en bidon avec W=11% pendant 2 semaines

Nous avons donc vérifié la présence des agglomérats de fines dans le sable pré-saturé en bidons. Pour cela, la granulométrie du sable SR_1 a été déterminée avant et après pré-saturation en bidon avec $W=11\%$ pendant 2 semaines. Les tamis utilisés dans cette étude sont de 2.5mm, 1.6mm, 0.8mm, 0.5mm. Cet essai est réalisé manuellement tamis par tamis. Les tamisats partiels mesurés sur chaque tamis sont présentés dans la Figure 60.

On constate que la proportion de fines ($d<0.5\text{mm}$) a beaucoup diminué après la pré-saturation. En revanche, la proportion des autres fractions augmente. Cette variation peut être attribuée à la présence des agglomérats de fines en contact avec l'eau de pré-saturation. Les fines tendent à créer des agglomérats de taille supérieure à 0.5mm, donc la proportion de cette fraction après pré-saturation tend à diminuer. Ces résultats confirment la présence des agglomérats entre particules fines dans le bidons au cours de la pré-saturation même si la teneur en eau de pré-saturation est faible ($W=11\%$). La présence de ces agglomérats peut expliquer une valeur absorption plus élevée de la méthode par saturation en bidon par rapport aux méthodes par saturation en immersion complète. Et elle décale la courbe d'étalement de la Figure 57 vers la droite.

Conclusions :

L'état de saturation des granulats recyclés influence significativement la maniabilité des mortiers. En variant le temps de pré-saturation, on observe une diminution de la maniabilité du mortier lorsque le temps de pré-saturation augmente. Au-delà de 7 jours de pré-saturation, un palier d'étalement est trouvé. En variant la teneur en eau de pré-saturation, on constate que l'étalement du mortier diminue quand la teneur en eau de pré-saturation augmente.

En fait, quand les granulats sont saturés, la quantité d'eau disponible pour la maniabilité est constante, l'étalement des mortiers est donc constant. Un palier d'étalement à $W=14\%$ est observé. Cependant, la masse résiduelle du bidon de pré-saturation nous montre qu'il existe de l'eau en excès à la surface des granulats à partir de $W=11\%$. Les résultats de masse résiduelle et de maniabilité indiquent que, pour le mode de pré-saturation utilisé, le coefficient d'absorption d'eau du sable pourrait être compris entre 11% et 14%. Cependant, par la méthode d'extrapolation avec le mode de pré-saturation en bidon ($W=12\%$ pendant 2 semaines), le coefficient d'absorption d'eau plus élevé (9.5%) que celui avec le mode de pré-saturation sous eau 24h (9.0%) est trouvé, mais plus faible que 11 et 14%. Cette

surestimation de l'absorption d'eau à partir des essais de maniabilité est due à la présence d'agglomérats de particules fines dans le bidon de pré-saturation.

III-4. Conclusions

Dans ce chapitre, une étude de maniabilité de mortier contenant du sable recyclé a été réalisée. A partir des résultats obtenus, on peut tirer les conclusions suivantes.

Une différence significative de maniabilité entre le mortier contenant du sable naturel (SN) et recyclé (SR_2) a été observée. Le mortier contenant du sable naturel (SN) est plus maniable que celui de sable recyclé SR_2 alors que les deux sables sont de même granulométrie. Cette différence peut être attribuée à une différence de forme des particules (qui pourraient être plus anguleuses et plus rugueuses pour le sable recyclé), à une différence de la masse volumique et à une mauvaise estimation de l'eau absorbée dans le sable recyclé car les mesures d'absorption d'eau montrent des valeurs différentes.

Dans tous les cas, la maniabilité du mortier contenant du sable à l'état sec est plus importante que celle du mortier contenant du sable à l'état sursaturé. Une quantité d'eau à T_0 plus importante dans les mortiers de sable sec explique cette maniabilité plus importante. Ce résultat est en accord avec l'étude précédente de Zhao [3].

Une influence importante de la granulométrie du sable recyclé sur la maniabilité des mortiers a été montrée. La compacité du squelette granulaire du sable SR_1 est plus importante que celle du sable SR_2. Comme les deux mortiers possèdent le même volume de pâte de ciment, le mortier contenant SR_1 (plus compact) est donc plus maniable car il présente un desserrement par la pâte plus important que celui contenant SR_2.

Les résultats de mesure d'étalement en fonction du temps de pré-saturation et de la teneur en eau de pré-saturation montrent que l'étalement initial des mortiers diminue quand le temps de pré-saturation en bidon et la teneur en eau de pré-saturation augmentent. Le temps de pré-saturation et l'état de saturation des granulats influencent donc significativement la maniabilité des mortiers.

L'absorption d'eau des granulats dans le bidon de pré-saturation est responsable de cette diminution de la maniabilité des mortiers. Plus la quantité d'eau de pré-saturation est importante, plus les granulats absorbent d'eau.

En utilisant la méthode par extrapolation, nous avons montré que le coefficient d'absorption d'eau du sable recyclé était légèrement supérieur lorsqu'on utilise un mode de pré-saturation en bidons. L'absorption d'eau en phase vapeur pourrait ainsi conduire à une saturation plus complète de la porosité des grains que l'immersion totale pendant 24 heures.

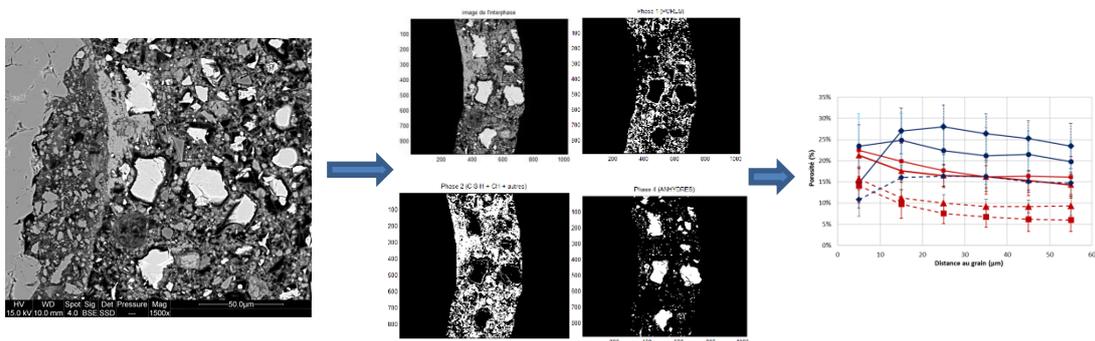
Enfin, nous avons montré que, dans le mode de pré-saturation en bidons, des agglomérats de fines particules pouvaient exister. On ne peut donc pas considérer que, pour des valeurs de W inférieures à W_A , toute l'eau de pré-saturation vient saturer la porosité des grains.

Les résultats de ce chapitre ont fait l'objet d'une communication à la conférence Nomad 2015 [96] et d'un article publié dans la revue *Construction & Building Materials* [97].

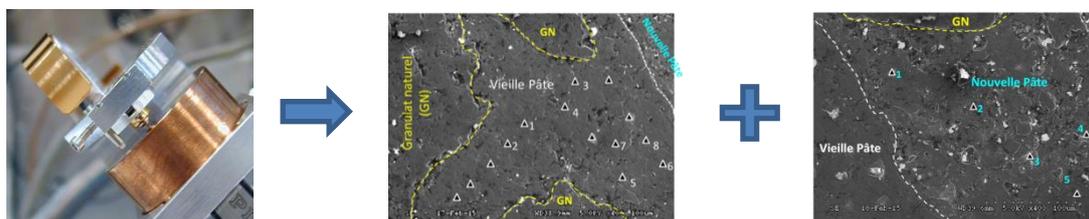
Chapitre IV Comportement à l'état durci

Dans le chapitre précédent, le comportement à l'état frais a été abordé. Dans ce quatrième chapitre, nous verrons l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur le comportement à l'état durci des mortiers à base de sable recyclé. Pour cela, les mortiers sont fabriqués avec le sable dans deux états hydriques (sec et sursaturé). Dans un premier temps, la résistance en compression à 2 et 28 jours est déterminée pour les deux états hydriques considérés. L'effet plafond ou l'effet de limitation de la résistance des granulats est ensuite étudié en utilisant l'approche de De Larrard [94]. Une analyse de la microstructure de la zone d'interface entre la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment à 2 jours et 28 jours est réalisée par la technique d'analyse d'image de MEB. Enfin, l'essai d'indentation sous le MEB est effectué sur les mortiers contenant du SR₂. Les différentes phases (nouvelle pâte, ancienne pâte et granulats naturels) sont indentées afin de comparer leurs propriétés mécaniques.

Analyse de la microstructure



Indentation sous le MEB



Sommaire

IV-1.	INTRODUCTION	101
IV-2.	MATERIAUX.....	101
IV-3.	EFFET PLAFOND	102
IV-3.1.	<i>Composition des mortiers</i>	<i>102</i>
IV-3.2.	<i>Résultats et discussions.....</i>	<i>105</i>
IV-4.	ETUDE DE LA MICROSTRUCTURE DES MORTIERS A BASE DU SABLE RECYCLE	108
IV-4.1.	<i>Composition des mortiers</i>	<i>109</i>
IV-4.2.	<i>Résistances en compression des mortiers.....</i>	<i>110</i>
IV-4.3.	<i>Analyse microstructurale de l'ITZ.....</i>	<i>111</i>
IV-4.3.1	Méthodologie	111
IV-4.3.2	Résultats et discussions	117
IV-4.4.	<i>Analyse de la microstructure par indentation sous MEB.....</i>	<i>122</i>
IV-4.4.1	Appareillage	123
IV-4.4.2	Expérimentations.....	125
IV-4.4.3	Résultats et discussions	126
IV-5.	CONCLUSIONS.....	128

IV-1. Introduction

Les différentes études présentées dans le chapitre bibliographie montrent qu'il peut exister une zone de pâte en périphérie des granulats qui possède des propriétés différentes par rapport à la matrice de ciment. Cette zone, caractérisée par une porosité plus importante par rapport à la matrice loin des granulats, influence bien évidemment les propriétés mécaniques des mortiers [71]. En utilisant le sable recyclé, il est possible de distinguer trois types d'ITZ : ITZ entre la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment ; ITZ entre l'ancienne pâte de ciment et le granulat naturel ; ITZ entre la nouvelle pâte de ciment et le granulat naturel.

Dans cette partie, tout d'abord, une étude sur l'effet plafond (effet de limitation de la résistance dû aux granulats) selon l'approche de De Larrard [94] est présentée. Nous allons ensuite étudier l'influence de l'état hydrique des GBR utilisés sur les propriétés mécaniques et la microstructure des mortiers. Une étude quantitative de la microstructure du mortier à base du sable recyclé est réalisée en utilisant la technique d'analyse d'images appliquée à des images de microscopie à balayage. En plus, les essais d'indentations sous MEB vont permettre de caractériser la dureté et le module élastique locales des différentes phases (nouvelle pâte, ancienne pâte et granulats naturels).

IV-2. Matériaux

Dans ce chapitre, deux séries de mortiers sont étudiées. La première est réalisée à partir du sable recyclé SR_1 et vise à évaluer l'effet plafond des granulats recyclés selon le modèle de De Larrard [94]. Le sable SR_1 est choisi dans ces essais car, comme nous l'avons vu au chapitre précédent, il permet d'obtenir des mortiers plus maniables que SR_2. L'utilisation de SR_1, conjointement avec un superplastifiant (MC-PowerFlow 3140, annexe 2), permet ainsi de réaliser des mortiers autoplaçants et d'éliminer l'air occlus dans la pâte de ciment. La seconde série de mortiers vise à étudier le lien entre les propriétés mécaniques et la microstructure. L'objectif est notamment d'étudier l'influence de la nature du sable (naturel ou recyclé) et de son état de saturation (sec ou saturé) sur la microstructure. Dans ce cas, le sable recyclé SR_2, de même granulométrie que le sable naturel (SN), est donc utilisé.

Dans les deux séries de mortiers, les sables sont utilisés soit à l'état sec soit à l'état sursaturé. Dans ce dernier cas, les sables sont pré-saturés en bidon avec une quantité d'eau correspondant à $WA_{24h}+10\%$ pendant 2 semaines dans une salle climatisée de $20\pm 2^\circ\text{C}$. En utilisant cette procédure de pré-saturation, les sables sont à l'état sursaturé (c.f chapitre III).

Le ciment utilisé est le ciment portland CEM II/A-L 42.5N. La classe vraie du ciment, mesurée selon la norme EN 196-1, est de 51.3 MPa. Sa masse volumique est de 3.09 g/cm^3 .

Tableau 23 : Propriétés physiques des sables

		SN	SR_1	SR_2
Masse volumique absolue ρ_{abs}	(g/cm^3)	2.67	2.65	2.64
Masse volumique réelle $\rho_{\text{réelle}}$	(g/cm^3)	2.63	2.23	2.25
D_{max}	(mm)	1.25	3.15	1.25
D_{min}	(mm)	0.20	0.16	0.20
Coefficient d'absorption d'eau WA_{24h}	(%)	0.5*	9.0**	10.0**

* : obtenue par la norme EN 1097-6 (c.f chapitre II)

** : obtenue par la méthode par extrapolation (cf chapitre II)

IV-3. Effet plafond

IV-3.1. Composition des mortiers

Avant de commencer à étudier les propriétés mécaniques des mortiers à base du sable recyclé, nous nous sommes interrogés sur l'effet limitant des propriétés mécaniques dans un mortier à base de granulats recyclés. Cet effet limitant peut provenir de la pâte de ciment, des ITZs ou du granulat en lui-même. Une étude de l'effet plafond (effet de limitation de la résistance des granulats) a été réalisée en se basant sur l'approche de F. De Larrard [94]. Cette approche est basée sur la relation entre la résistance à la compression du béton, la résistance de la matrice de ciment et les paramètres intrinsèques des granulats (Équation 4).

$$R_c = \frac{p \cdot R_{c_m}}{q \cdot R_{c_m} + 1} \quad \text{Équation 4}$$

Où la résistance de la matrice de ciment R_{c_m} est calculée avec l'Équation 5 [94] :

$$R_{cm} = R_{cp} * EMP^{-0.13} = 13.4 * R_{C_{28}^{ci}} \left(\frac{V_c}{V_c + V_e + 0,5.V_a} \right)^{2.85} * EMP^{-0.13} \quad \text{Équation 5}$$

Et

$$EMP = D_{max} * \left(\sqrt[3]{\frac{g^*}{g}} - 1 \right) \quad \text{Équation 6}$$

Où :

- R_c : résistance en compression du béton ou du mortier
- V_c, V_e, V_a sont respectivement le volume de ciment, d'eau et d'air occlus.
- $R_{C_{28}^{ci}}$: la classe du ciment déterminée par la norme EN 196-1
- EMP : Epaisseur Maximale de Pâte est définie comme la distance entre les deux gros grains adjacents dans un empilement aléatoire.
- g^* : compacité du squelette granulaire mesurée par le Modèle d'Empilement Compressible (MEC) selon la procédure décrite par De Larrard [94] ou calculé par l'Équation 3 [95].

Dans notre cas, le sable recyclé est friable, il est donc difficile de le mesurer expérimentalement. Nous avons calculé g^* à partir de l'Équation 3 (page 88 - chapitre III).

- g : fraction volumique en sable dans le mortier
- p : caractérise la qualité de la liaison mécanique entre la matrice de ciment et le granulat (adhérence entre les deux).
- p/q : caractérise l'éventuel effet plafond sur la résistance du béton.

Selon l'Équation 4, pour une matrice de ciment de résistance élevée ($R_{cm} \gg 1/q$, E_{eff}/C faible), la résistance du béton ou mortier est décrit par l'équation suivant :

$$R_c \approx \frac{p}{q} \quad \text{Équation 7}$$

Dans ce cas, la résistance est contrôlée par les propriétés intrinsèques des granulats (effet plafond) (Figure 61).

Par contre, pour une matrice de ciment de faible résistance ($R_{cm} \ll 1/q$, E_{eff}/C élevé), l'Équation 4 devient :

$$R_c \approx p * R_{cm} \quad \text{Équation 8}$$

Dans ce cas, la résistance est contrôlée par la résistance de la matrice de ciment (Figure 61).

L'effet plafond est étudié expérimentalement. Une série de mortier à base de sable recyclé sursaturé a été fabriquée avec différents rapports E_{eff}/C afin de varier la résistance en compression du mortier. L'Équation 5 fait intervenir le volume d'air (V_a) dans la pâte de ciment. C'est pourquoi nous avons choisi de travailler avec des mortiers autoplaçants afin de réduire le plus possible la quantité d'air occlus. La mesure à l'aéromètre prend également en compte la présence d'air dans les granulats qui n'intervient pas dans l'équation 2. Afin d'éliminer l'air piégé dans les pores des granulats nous avons saturé les sables. Ainsi, en utilisant des mortiers autoplaçant et des granulats sursaturés, le volume d'air occlus dans tous les mortiers est nul. Nous avons pu vérifier expérimentalement que c'était bien le cas.

Nous avons alors :

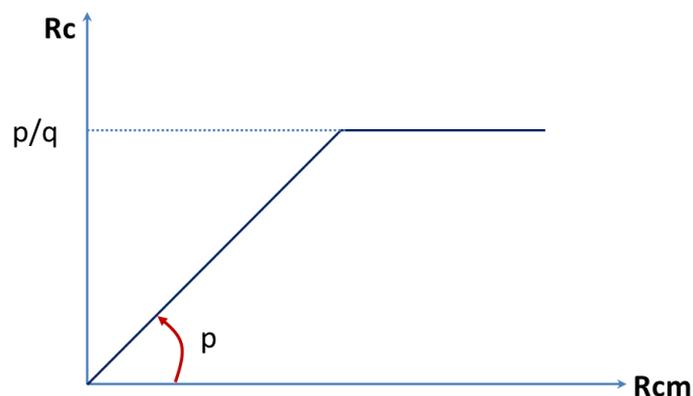
$$R_{C_m} = R_{C_p} * EMP^{-0.13} = 13.4 * R_{C_{28}^{ci}} \left(1 + \frac{V_e}{V_c}\right)^{-2.85} * EMP^{-0.13} \quad \text{Équation 9}$$

La composition des mortiers est présentée dans le Tableau 24.

Tableau 24 : Composition des mortiers de sable recyclé SR_1 pour évaluer l'effet plafond

E_{eff}/C		0.38	0.43	0.48	0.53	0.58	0.63	0.68
Sable à l'état sec	(g)	1155	1155	1155	1155	1155	1155	1155
Ciment	(g)	450	450	450	450	450	450	450
Eau efficace	(g)	171	193.5	216	238.5	261	283.5	306
Eau d'absorption	(g)	102	102	102	102	102	102	102
Eau totale	(g)	273.0	295.5	318.0	340.5	363.0	385.5	408.0
Eau de pré-saturation	(g)	231	231	231	231	231	231	231
Eau versée dans le malaxeur E_v (g)	(g)	42	64.5	87	109.5	132	154.5	177
Superplastifiant	(ml)	18.0	13.0	8.0	5.0	4.5	2.5	2.0

Enfin, pour comparer la résistance en compression de ces mortiers avec des mortiers dans lesquels le sable recyclé SR_1 serait utilisé à l'état sec, nous avons également fabriqué trois mortiers avec le sable recyclé SR_1 à l'état sec ($E_{eff}/C=0.38, 0.53$ et 0.68).

Figure 61 : Illustration des paramètres p , q et ses effets sur R_c

IV-3.2. Résultats et discussions

Les résistances en compression des mortiers et la résistance de la matrice de ciment pour différentes valeurs du rapport E_{eff}/C sont présentées dans le Tableau 25.

Tableau 25 : Résultats expérimentaux d'évaluation de l'effet plafond

E_{eff}/C		0.38	0.43	0.48	0.53	0.58	0.63	0.68
Étalement mesuré	(mm)	338	348	346	288	299	349	324
$V_{air\ occlus}/V_{total}$	(%)	0	0	0	0	0	0	0
g		0.62	0.60	0.59	0.57	0.56	0.55	0.54
g^{*1}		0.745	0.745	0.745	0.745	0.745	0.745	0.745
g^*/g		1.20	1.23	1.26	1.30	1.33	1.36	1.39
R_{c28}^{ci}	(MPa)	51.3	51.3	51.3	51.3	51.3	51.3	51.3
EMP	(mm)	0.20	0.23	0.26	0.29	0.31	0.34	0.37
R_{cm}^2	(Mpa)	92.8	74.9	61.4	51.0	42.8	36.3	31.1
R_c^3	(Mpa)	53.3	51.2	47.6	40.2	36.1	32.1	28.6

1 : calculée selon l'Équation 3

2 : calculée selon l'Équation 5

3 : obtenue par l'essai de compression des éprouvettes 4x4x16cm3 fabriqué avec le sable à l'état sursaturé

La Figure 62 présente la relation entre la résistance en compression des mortiers à base de sable recyclé SR_1 sursaturé (mesurée expérimentalement) et la résistance de la matrice de ciment (valeurs calculées selon l'Équation 9). Il est observé sur cette figure une relation quasi linéaire entre la résistance du mortier et celle du ciment pour des résistances de mortier allant jusque 40- 45 MPa. Les paramètres p et q sont ensuite obtenus par régression

afin de minimiser l'écart relative au carré entre les valeurs expérimentales et calculées de R_c . Les valeurs obtenues pour p et q sont présentées dans le Tableau 26.

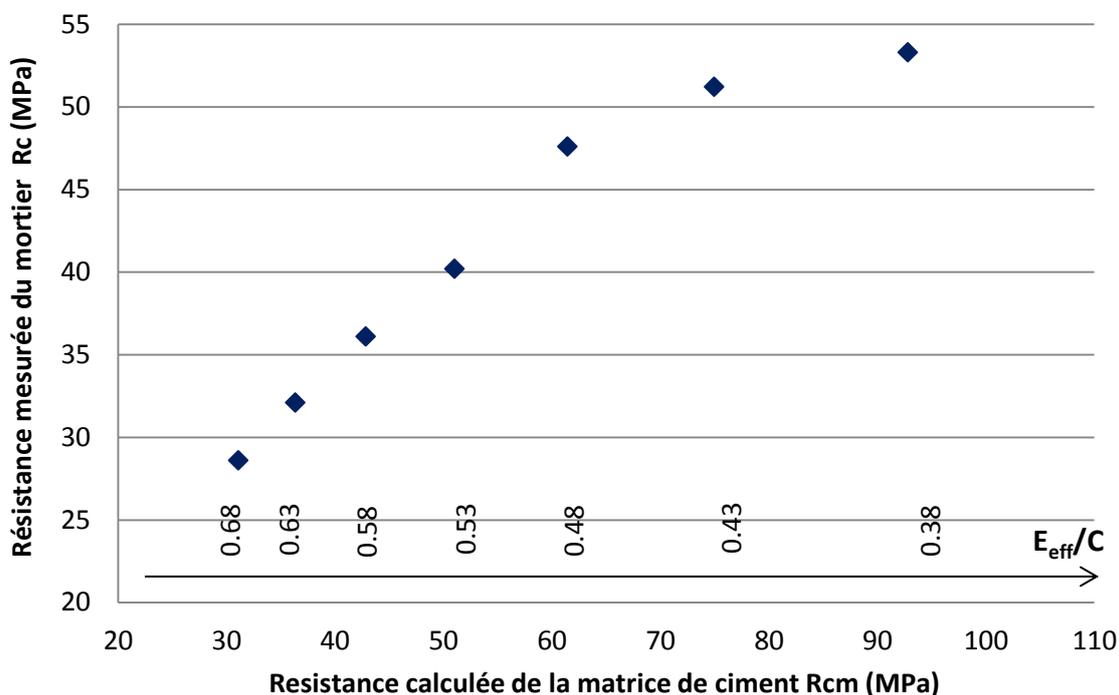


Figure 62 : Corrélation entre la résistance en compression mesurée du mortier et calculée de la matrice de ciment

Le paramètre « p » caractérise l'adhérence du granulat à la pâte de ciment. Dans notre cas, la valeur obtenue pour p est assez élevée par comparaison à d'autres matériaux naturels et recyclés recensés dans le Tableau 26 [6], [94]. Nous avons donc une bonne adhérence entre la nouvelle pâte et les granulats recyclés dans le mortier à 28 jours. Ce résultat sera confirmé par les résultats d'observation de la microstructure dans la partie suivante. Une continuité remarquable entre la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment, à 28 jours, est observée.

Un rapport « p/q » assez faible (99.6 MPa) par rapport aux autres matériaux naturels dans l'étude de F. De Larrard [94] est obtenu. Il existe donc un effet plafond très important pour notre matériau qui limite la résistance des mortiers pour les valeurs très faibles du rapport E_{eff}/C . C'est-à-dire qu'avec un rapport E_{eff}/C plus faible (0.38 par exemple), la résistance du mortier ne dépasse pas 60MPa. La résistance du mortier dans ce cas est « pilotée » par la résistance des granulats recyclés. Par contre, pour un rapport E_{eff}/C intermédiaire (0.53 par

exemple), la résistance du mortier fabriqué avec notre sable recyclé dépend à la fois de la résistance de la matrice de ciment et de la résistance intrinsèque des granulats.

Tableau 26 : Paramètres p et q de notre sable et de granulats naturels et recyclés de la littérature[6], [94]

Granulats		p	q (MPa ⁻¹)	p/q (MPa)	Références
Sable recyclé SR_1		1.298	0.013	99.6	Notre étude
Crotoy	Silex roulé	0.583	0	∞	De Larrard [94]
Boulonnais	Calcaire dur concassée	1.111	0.0033	337	
Arlaut	Calcaire semi-dur concassé	0.960	0.0040	241	
Raon	Basalte concassé	0.651	0	∞	
Cherbourg	Quartzite	1.145	0.0047	244	
G1 (Siliceux)	Sable naturels	1.344	0.012	112	Dao [6]
G1 (Calcaire)	Sable naturels	1.157	0.008	144.6	
G2 (B1-35M)	SR de 1 ^{ère} génération	1.088	0.007	155.4	
G2 (B1-65M)	SR de 1 ^{ère} génération	1.225	0.008	153.1	
G2 (B1-35S)	SR de 1 ^{ère} génération	1.078	0.008	134.7	
G2 (B1-65S)	SR de 1 ^{ère} génération	1.061	0.006	176.8	
G2 (B1-35C)	SR de 1 ^{ère} génération	1.072	0.006	178.7	
G2 (B1-65C)	SR de 1 ^{ère} génération	1.356	0.009	150.7	
G3 (B2-35-GS)	SR de 2 ^{ème} génération	0.704	0.002	352.0	
G3 (B2-35-A-GS)	SR de 2 ^{ème} génération	0.837	0.004	209.2	
G3 (B2-65-A-GS)	SR de 2 ^{ème} génération	0.569	0.0000	∞	
GADP	Granulats recyclé de la dalle d'aéroport de Paris (40ans)	1.951	0.021	92.9	

Trois mortiers à base de sable recyclé SR_1 à l'état sec ont également été fabriqués afin de comparer la résistance de ces mortiers à ceux fabriqués avec le sable à l'état sursaturé dans l'étude de l'effet plafond.

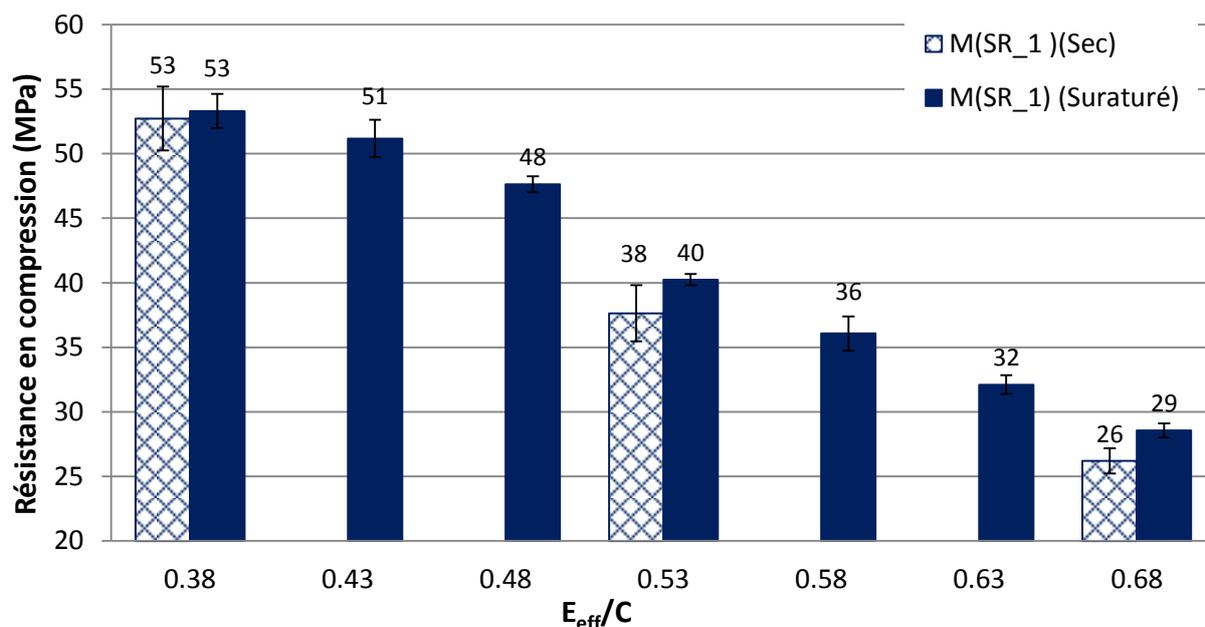


Figure 63 : Résistance en compression des mortiers à base du sable recyclé SR_1 à l'état sec et sursaturé à 28 jours en fonction du rapport E_{eff}/C

La Figure 63 présente les résultats de mesure de résistance en compression à 28 jours des mortiers contenant du sable recyclé SR_1 à l'état sec et sursaturé en fonction du rapport E_{eff}/C . Comme attendu, quel que soit l'état de saturation initial du sable recyclé (sec ou sursaturé), la résistance en compression diminue quand le rapport E_{eff}/C augmente. Toutefois, la différence de résistance des mortiers contenant du sable recyclé à l'état sec et sursaturé est plus significative lorsque le rapport E_{eff}/C augmente.

Pour un rapport E_{eff}/C très faible (0.38), la résistance de la matrice de ciment est très élevée, la résistance des deux mortiers est "pilotee" par celle des granulats. (effet plafond). Au contraire, pour un rapport E_{eff}/C élevé (0.68), la résistance de la matrice est faible par rapport à celle des granulats et elle détermine la résistance des mortiers. En utilisant du sable à l'état sec, les granulats pourraient absorber une quantité d'eau plus faible que prévue. Il resterait ainsi une partie de l'eau d'absorption dans la pâte de ciment. Par conséquent, l'utilisation de sable sec conduit à une augmentation du rapport E_{eff}/C et résulte, dans ce cas, en une diminution de la résistance du mortier.

IV-4. Etude de la microstructure des mortiers à base du sable recyclé

Afin de mieux comprendre les résultats obtenus à l'échelle macroscopique et l'effet plafond, nous avons ensuite étudié les mortiers à l'échelle microscopique. La microstructure

des mortiers est caractérisée par analyse d'images obtenues en microscopie électronique à balayage. De plus, les propriétés mécaniques, notamment la dureté, des différentes phases dans le mortier contenant du sable recyclé (ancienne pâte de ciment, nouvelle pâte de ciment, granulats naturels) sont étudiées par micro-indentation sous MEB.

IV-4.1. Composition des mortiers

Les compositions des mortiers utilisés dans cette partie sont présentées dans le Tableau 27. La masse de sable recyclé SR_2 est réduite pour que le volume de sable dans les deux mortiers soit identique. La composition du mortier de référence avec le sable naturel (SN) est conforme à la norme EN 196-1. Les sables sont utilisés soit à l'état sec soit à l'état sursaturé afin d'étudier l'influence de l'état de saturation des sables sur les propriétés mécaniques et la microstructure des mortiers.

Tableau 27 : composition des mortiers contenant du sable SN et SR_2 à l'état sec et sursaturé

	Mortier de SN		Mortier de SR_2	
	état sec (MN-Sec)	état sursaturé (MN-Sur)	état sec (MR-Sec)	état sursaturé (MR-Sur)
E_{eff}/C	0.5	0.5	0.5	0.5
Sable à l'état sec (g)	1350	1350	1155	1155
Ciment (g)	450	450	450	450
Coefficient d'absorption d'eau 24h WA_{24h} (%)	0.5*	0.5*	10.0**	10.0**
Eau efficace (g)	225	225	225	225
Eau d'absorption (g)	6.8	6.8	115.5	115.5
Eau totale (g)	231.8	231.8	340.5	340.5
Eau de pré-saturation (g)	0	141,8	0	231.0
Eau versée dans le malaxeur (g)	231.8	90.0	340.5	109.5

* : obtenue par la méthode normalisée EN 1097-6 (c.f chapitre II)

** : obtenue par la méthode par extrapolation (c.f chapitre II)

Après malaxage, le mortier frais est mis en place dans des moules prismatiques $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ conformément à la norme EN 196-1.

Le moule et la rehausse étant solidement fixés sur la table à chocs, les compartiments du moule prismatique sont remplis directement à partir du bol de malaxage en deux couches quasi égales. Après chaque remplissage, le moule est soumis à 60 chocs. Dans le cas du

mortier auto-plaçant, le mortier est mis en place directement dans le moule sans compactage supplémentaire.

Les échantillons sont démoulés après 24 heures et conservés dans un bassin d'eau dans une chambre de conservation climatisée à $20\pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'aux jours des essais.

Un essai de flexion trois points est réalisé conformément à la norme EN 196-1 sur chaque éprouvette prismatique $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$. Les deux parties de ces éprouvettes sont ensuite utilisées pour les essais de compression.

IV-4.2. Résistances en compression des mortiers

La Figure 64 présente les résultats de mesure de la résistance en compression des mortiers. Nous pouvons observer une différence importante de résistance à la compression entre les mortiers de SN et ceux de SR. Nous avons une perte de résistance de presque 20 MPa à 28 jours en remplaçant les SN par les SR quel que soit l'état de saturation initial des granulats. Cette perte de résistance peut s'expliquer par une résistance plus faible des SR par rapport à celle des SN et/ou une pâte de ciment de moins bonne qualité. En effet, il y a une incertitude sur le rapport E_{eff}/C dans les mortiers de SR en raison de la difficulté de mesure de l'absorption d'eau de ces matériaux. Il est donc difficile de maîtriser le rapport E_{eff}/C .

Nous pouvons également remarquer, dans la Figure 64, que l'état hydrique de départ des granulats a peu d'influence sur les propriétés mécaniques pour un même rapport eau efficace sur ciment. Ce résultat était attendu dans le cas du sable naturel peu poreux et en accord avec les précédentes études sur des sables calcaires à faible porosité [71]. Le cas de SR_2, granulats poreux, est à première vue plus étonnant puisque Nguyen [71] a montré précédemment dans le cas des matériaux poreux calcaires que le calcul d'eau efficace tendait à sous-estimer l'eau fournie par les granulats poreux. Cet excès d'eau entraînait une zone de transition plus poreuse et une diminution des propriétés mécaniques du mortier à base de granulats sursaturés par rapport au mortier à base de granulats secs.

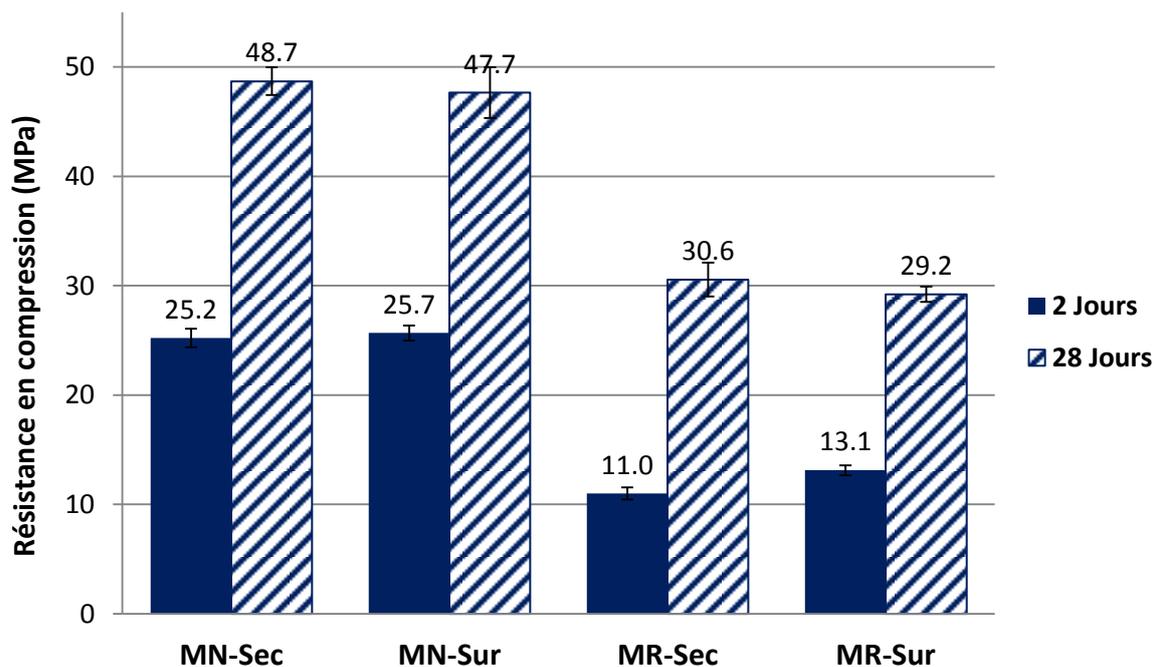


Figure 64 : Résistance en compression des mortiers à 2 et 28 jours (MN-Sec : mortier à base de sable naturel à l'état sec, MN-Sur : mortier à base de sable naturel à l'état sursaturé).

D'après notre étude sur l'effet plafond, l'adhésion entre les deux pâtes de ciment est excellente (paramètre « p » assez élevé par rapport aux granulats naturels). Mais effectivement, il est possible que le rapport E_{eff}/C , dans le cas du mortier de sable recyclé, soit plus élevé que prévu si on surestime l'absorption d'eau. De plus, comme dans la discussion de la partie précédente, pour une pâte de ciment intermédiaire ($E_{\text{eff}}/C=0.53$ par exemple) on peut avoir à la fois la contribution de la pâte de ciment et du granulat sur le comportement mécanique des mortiers.

IV-4.3. Analyse microstructurale de l'ITZ

IV-4.3.1 Méthodologie

Dans cet étude, nous utilisons la technique d'analyse d'images afin d'étudier la distribution des phases dans la zone d'interphase des mortiers.

L'analyse d'image de la zone d'interphase des mortiers se divise en 4 étapes :

- a) Choix du grossissement et de la résolution des images
- b) Détermination de la largeur de la zone analysée
- c) Segmentation des phases par les seuils en fonction des niveaux de gris

d) Quantification et répartition des phases de la zone analysée

Selon Ke et al. [98], l'épaisseur de la zone d'interphase granulat-pâte de ciment dans les bétons et les mortiers ordinaires est environ de 20 à 100 μm . Avant de déterminer les propriétés de l'ITZ, nous devons estimer premièrement l'ordre de grandeur de l'épaisseur de cette zone. Selon l'étude de Garboczi et Bentz [99], Figure 65, avec une fraction volumique du sable d'environ de 60%, les zone d'interphases dans un mortier sont quasiment interconnectées. Dans nos mortiers, la proportion volumique de sable est d'environ 60% ce qui permet de maximiser la fraction interconnectée des zones d'interphase entre les grains [99], [100]. La distance observée entre les grains de taille comprise entre 500 μm et 4 mm est de l'ordre de 150 μm . C'est pourquoi la zone analysée autour du granulat a une épaisseur de 80 à 100 μm . Cette grandeur correspond approximativement à la moitié de la distance entre les gros grains voisins.

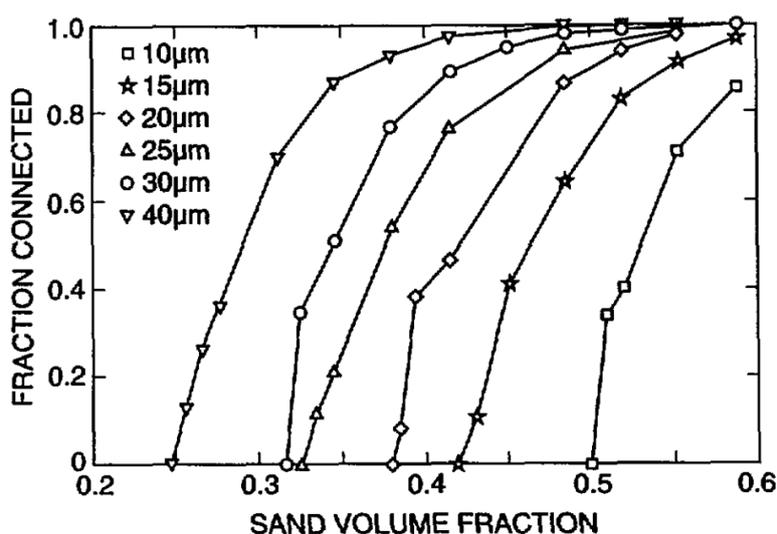


Figure 65 : Fraction interconnectée des ITZ dans des mortiers en fonction de la proportion du volume de sable [99]

a. Choix du grossissement et de la résolution des images

Il faut choisir un grossissement et une résolution appropriée pour les analyses d'images. En fait, un grossissement élevé permet d'avoir une bonne résolution mais nécessite ensuite un nombre d'images et un temps d'analyse d'autant plus important. Inversement, un petit grossissement permet de réduire le nombre d'images mais diminue la qualité des images. Un choix optimal de grossissement en fonction de la taille des éléments qu'on souhaite analyser est nécessaire.

Dans notre cas, des images de dimensions $182 \times 167 \mu\text{m}^2$ ont été retenues avec une résolution de 1024×943 pixels (voir Figure 66). Cela correspond à une résolution de $0.18 \mu\text{m}$ par pixel permettant de détecter des éléments de dimensions $0.03 \mu\text{m}^2$.

Il y a au moins de 30 images rétrodiffusées BSE collectées par échantillon pour analyser les phases afin de minimiser l'écart-type et d'obtenir une analyse représentative [71].

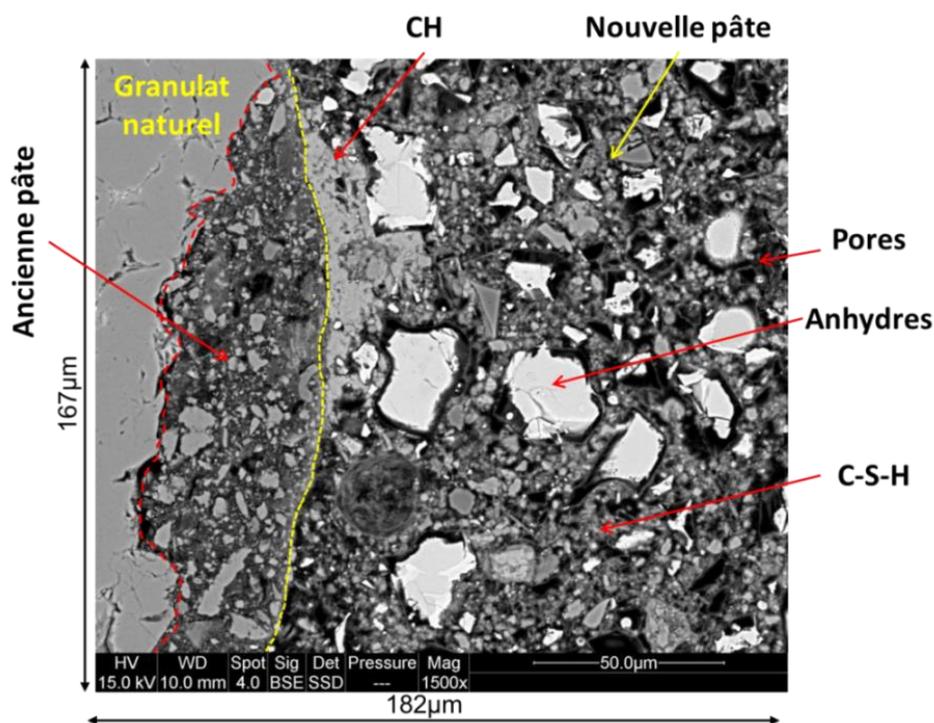


Figure 66 : Image MEB à 1500x en mode rétrodiffusé (BSE) du MR-Sec à 2 jours

b. Détermination de la largeur de la zone analysée

Après avoir archivé les images BSE, il faut déterminer la limite de la zone d'interphase. La zone d'interphase est définie comme une zone à proximité des granules dont l'épaisseur est d'environ 20 à $100 \mu\text{m}$ et dont la forme est caractérisée par la frontière de contact granulat-pâte de ciment et son épaisseur. Dans le mortier de granulat recyclé, il existe une zone d'interphase entre l'ancienne pâte de ciment adhérente aux granules naturels et la nouvelle pâte de ciment. Dans notre cas, l'épaisseur de la zone analysée est choisie de $80 \mu\text{m}$ à partir de la frontière entre les deux phases.

Ensuite, il faut définir la frontière entre le granulat et la pâte de ciment. Ce travail a été effectué à l'aide d'un outil programmé sous Matlab (*annexe 6 et annexe 7*).

Une fois la frontière définie, il est nécessaire de séparer la zone d'interphase pour l'analyser. L'idée est de créer un masque dont la taille est identique à celle de la zone

analysée. Ce masque est créé au moyen du décalage de la ligne de la frontière jusqu'à la limite de la zone analysée (80 µm). Il est ensuite remplacé par la partie correspondante de l'image de base. Le programme Matlab permet de prélever la zone analysée d'une image BSE.

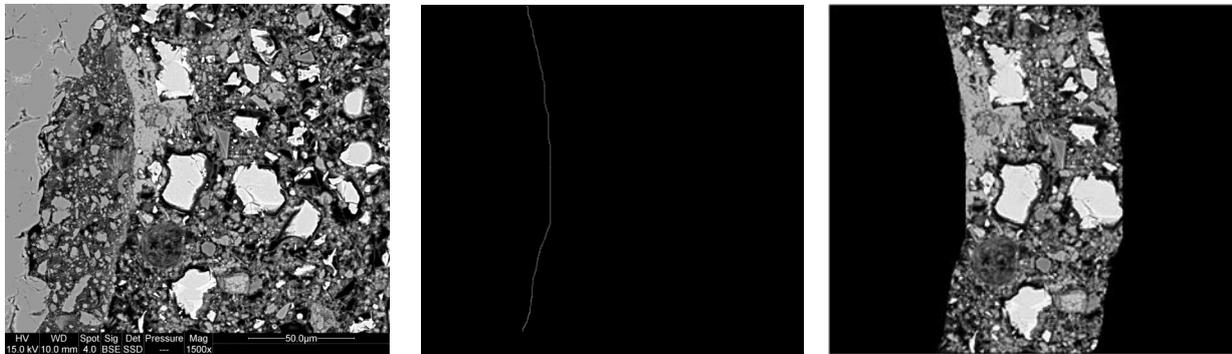
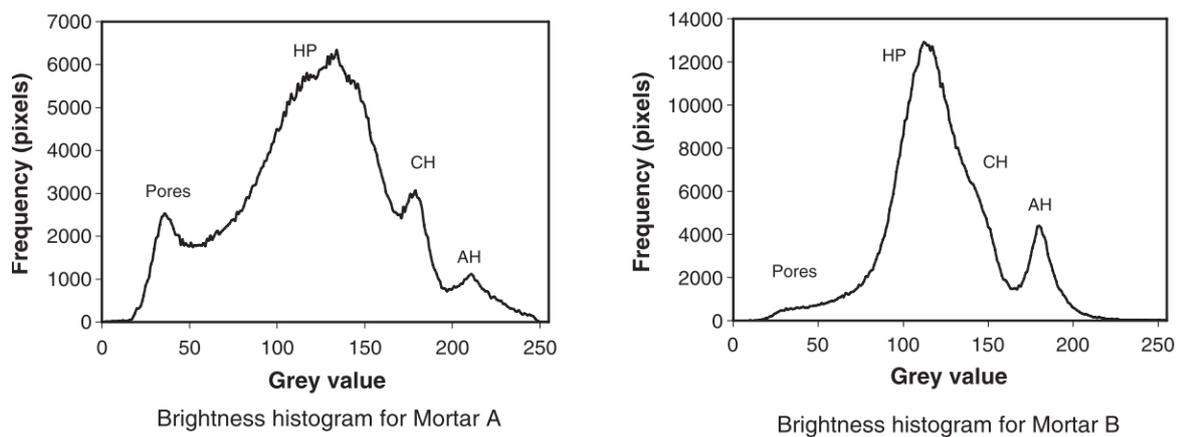


Figure 67 : Image de base, calque avec la ligne frontière et zone analysée (MR-Sec à 2 jours)

c. Segmentation des phases par seuillage en fonction des niveaux de gris

La segmentation des phases est effectuée par seuillage en fonction des niveaux de gris et permet de distinguer les trois phases suivantes : pores, produit hydraté et anhydres. La détermination des seuils d'une image peut être basée sur les pics de fréquence représentatifs des phases sur l'histogramme de niveau de gris [101], [81], [102].



HP : hydration products CH : calcium hydroxide AH : anhydrous cement

Figure 68 : Histogramme des mortiers : A-faible recouvrement des pics associés aux différentes composantes ; B-recouvrement important du signal associé au produit d'hydratation (HP) avec celui de la portlandite (CH) [103]

Cependant, les pics sur l'histogramme peuvent se recouvrir (Figure 68). Afin de déterminer les seuils, Wong et al. [103] ont proposé d'utiliser les points d'inflexion sur le graphe de l'aire cumulée en fonction du seuil de gris (Figure 69).

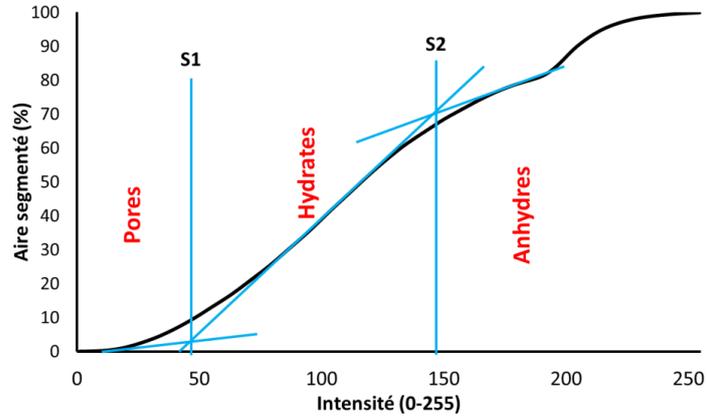


Figure 69 : Estimation des seuils par la méthode de Wong et al. [103]

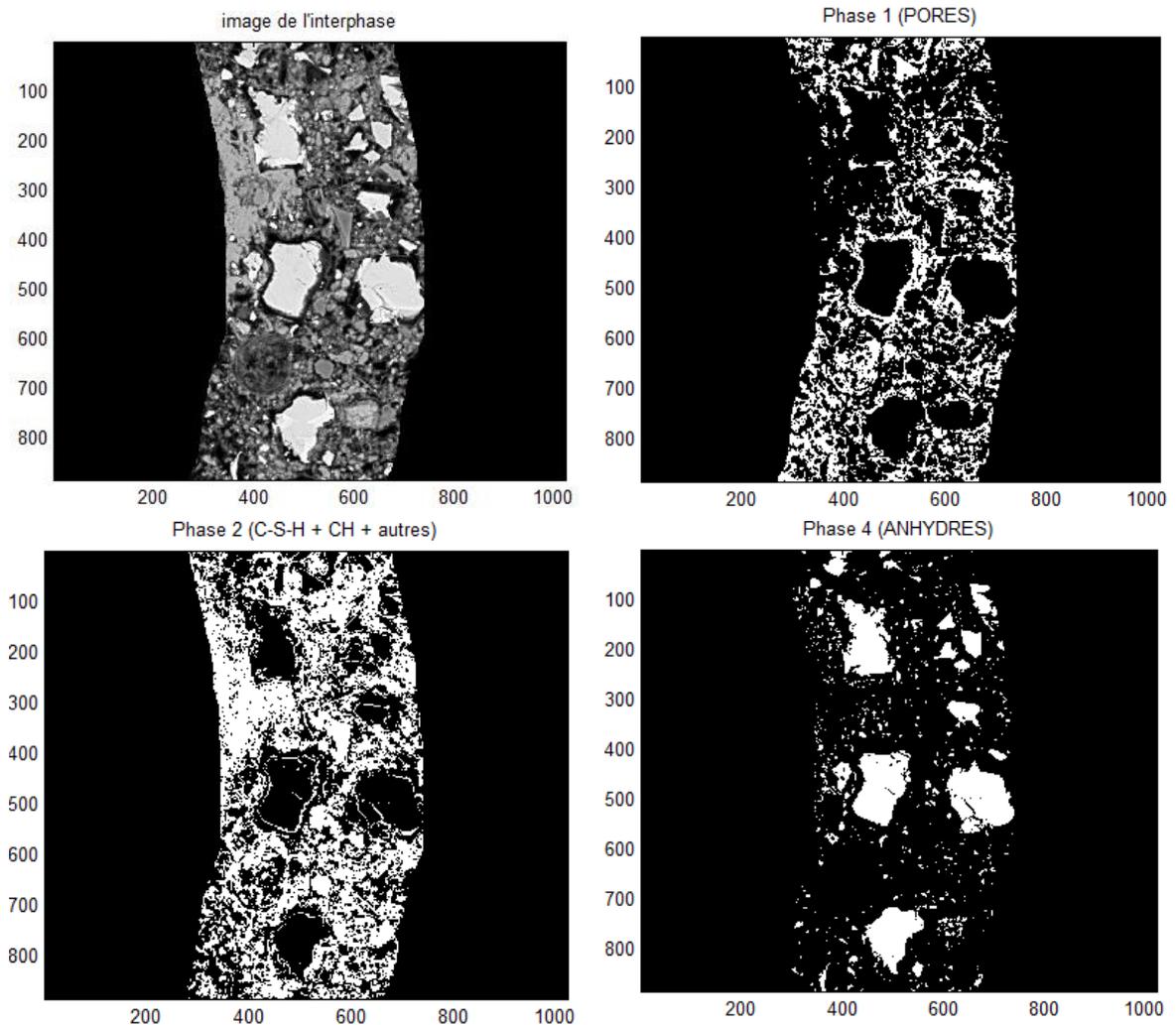


Figure 70 : Image de la zone analysée et différentes phases après la segmentation

Une fois les valeurs des seuils déterminées, la segmentation des phases est effectuée à l'aide d'un programme sous Matlab (Annexe 6 et 7).

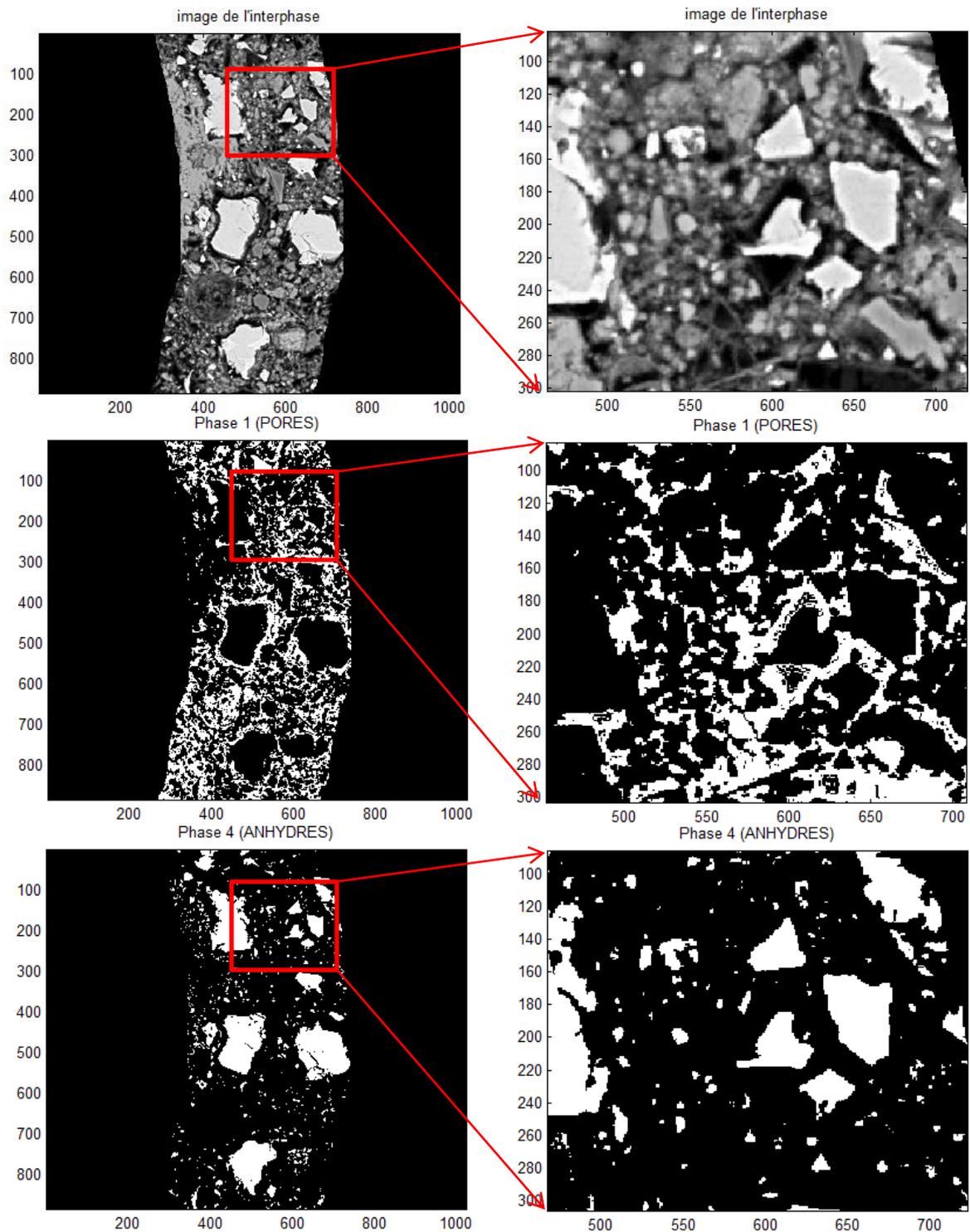


Figure 71 : Comparaison des zones spécifiques entre l'image de la zone analysée et image binaire des pores et anhydres.

Enfin, une comparaison visuelle sur la cohérence entre l'image de base et les images de phases est effectuée afin de valider les seuils choisis. Pour faciliter la comparaison, les images sont grossies (Figure 71). S'il existe une sous-estimation ou une surestimation des

phases, les seuils sont décalés jusqu'à ce que les phases isolées soient compatibles avec l'image de base.

d. Quantification et répartition des phases dans la zone analysée

Pour suivre la distribution des différentes phases dans la zone d'interphase, cette zone est divisée en plusieurs bandes de largeur identique et parallèles à la frontière du granulat (naturel ou recyclé). La largeur d'une bande doit être suffisamment petite pour assurer la continuité du gradient des phases. Selon les recherches précédentes [71], [104]–[106], la largeur de bande a été choisie à 10 μm .

IV-4.3.2 Résultats et discussions

IV-4.3.2.1 Observations de la microstructure des mortiers au MEB

Les images MEB des différents mortiers sont présentées dans les Figure 72 à Figure 75. Dans le cas des mortiers de sable naturel, la frontière entre les granulats et la pâte de ciment peut être identifiée facilement.

Dans le cas des mortiers de sable recyclé à deux jours d'hydratation, le degré d'hydratation de la nouvelle pâte de ciment est encore faible alors que celui de l'ancienne pâte de ciment du GBR est à priori beaucoup plus élevé. La frontière entre la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment est facile à distinguer. Sur le MR-Sur à deux jours, une épaisse couche de portlandite à la surface de l'ancienne pâte a été observée. Cette couche apparaît également dans le cas du sable recyclé à l'état sec mais de manière moins systématique et avec une épaisseur plus faible. Cette zone, appelée film duplex, a été décrite dans différentes études précédentes dans le cas de mortier à base de granulats naturels [65], [71], [107]. La formation de ce film pourrait être due au phénomène de transport de portlandite [71].

A 28 jours d'hydratation, la frontière entre la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment dans le cas MR-Sec n'est plus discernable. Par contre, avec le MR-Sur, la couche de portlandite à deux jours est encore visible ce qui permet de tracer la frontière entre la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment.

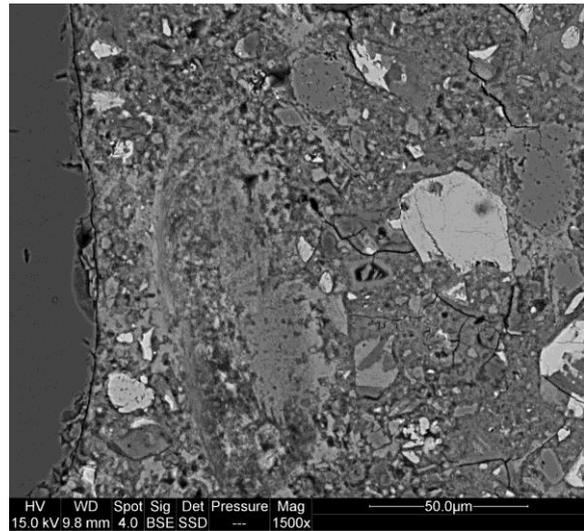
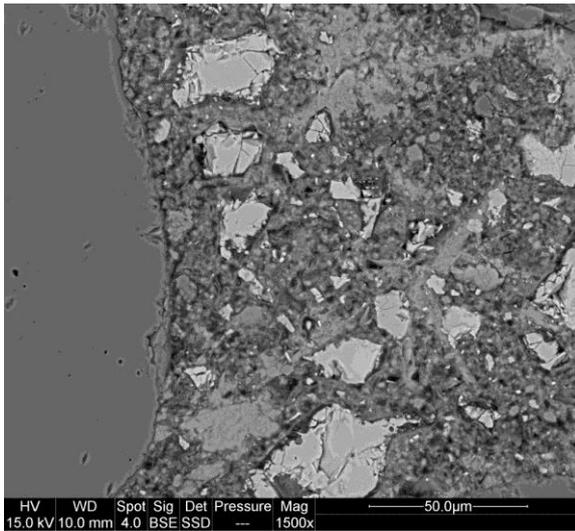


Figure 72 : Images BSE du MN-Sec (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours)

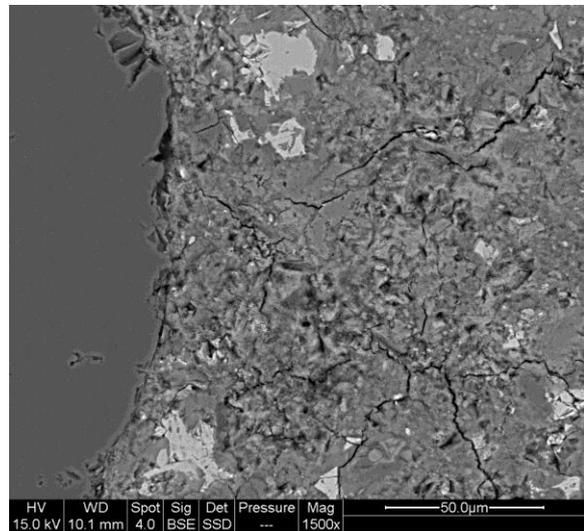
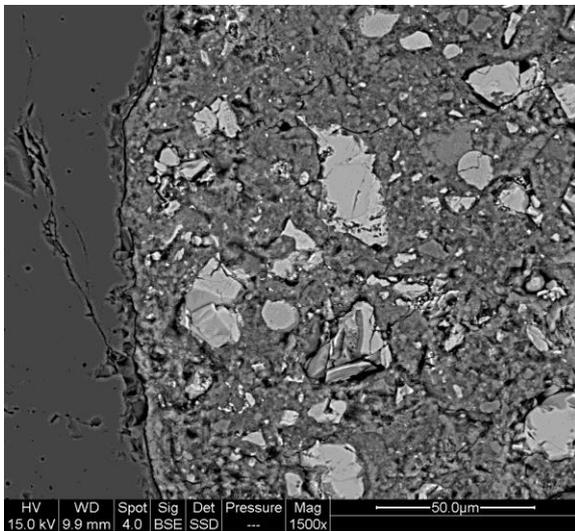


Figure 73 : Images BSE du MN-Sur (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours)

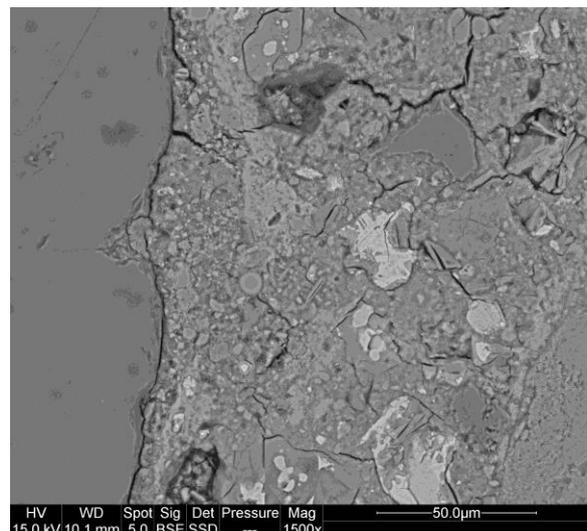
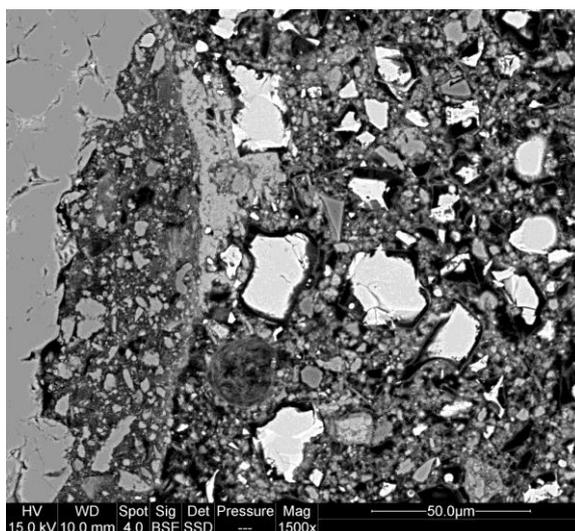


Figure 74 : Images BSE du MR-Sec (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours)

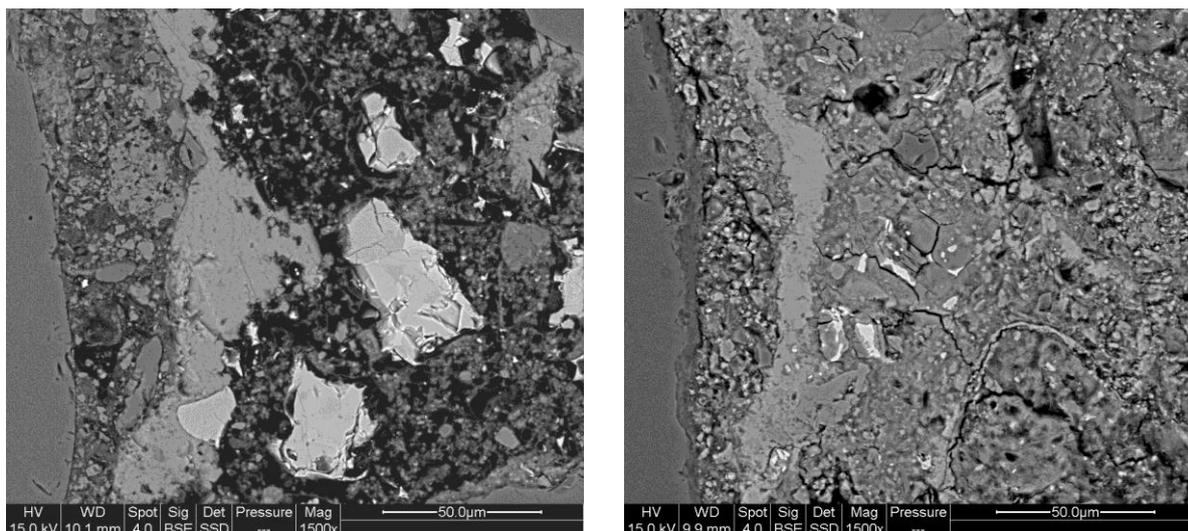


Figure 75 : Images BSE du MR-Sur (à gauche: 2 jours; à droite: 28 jours)

IV-4.3.2.2 Distribution des phases dans l'ITZ

La Figure 76 présente la distribution de la porosité dans la nouvelle ITZ obtenue par analyse des images MEB des mortiers à 2 jours (a) et 28 jours (b) d'hydratation.

Dans le cas du mortier à base de sable naturel (MN Sec et MN Sur), une augmentation de la porosité est constatée quand on s'approche de la surface des granulats. La porosité est maximale dans les dix premiers microns. Un écart de l'ordre 7% de porosité est obtenu avec les mortiers à 2 jours lorsqu'on passe de la zone près du granulat à la pâte de ciment. Il existe toujours un gradient de la porosité quand on observe les mortiers à 28 jours. Cependant, cet écart est plus faible qu'à deux jours (5%). Il est constaté également que les porosités du mortier de granulats secs et du mortier de granulats sursaturés sont quasiment confondues que ce soit à 2 jours ou 28 jours. Ce résultat est bien en accord avec les précédentes études sur des sables calcaire à faible porosité [71].

Dans la Figure 76, il est observé que, à 2 jours d'hydratation, la porosité du mortier de granulats recyclés est plus élevée que celle du mortier de granulats naturels. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour expliquer ce résultat. Cette différence pourrait tout d'abord être attribuée à un rapport E_{eff}/C initial plus élevé dans le cas du mortier contenant du sable recyclé, en raison d'une surestimation possible du coefficient d'absorption d'eau. D'autre parts, dans le cas où on utilise le sable à l'état sec, les granulats pourraient absorber une quantité d'eau plus faible que prévue, en effet le temps de contact avec l'eau n'est peut-être pas suffisant pour que les granulats absorbent toute la quantité d'eau

d'absorption. Enfin, lorsque les granulats sont utilisés à l'état sursaturé, il pourrait exister une pellicule d'eau à la surface des granulats, augmentant ainsi le rapport E_{eff}/C local.

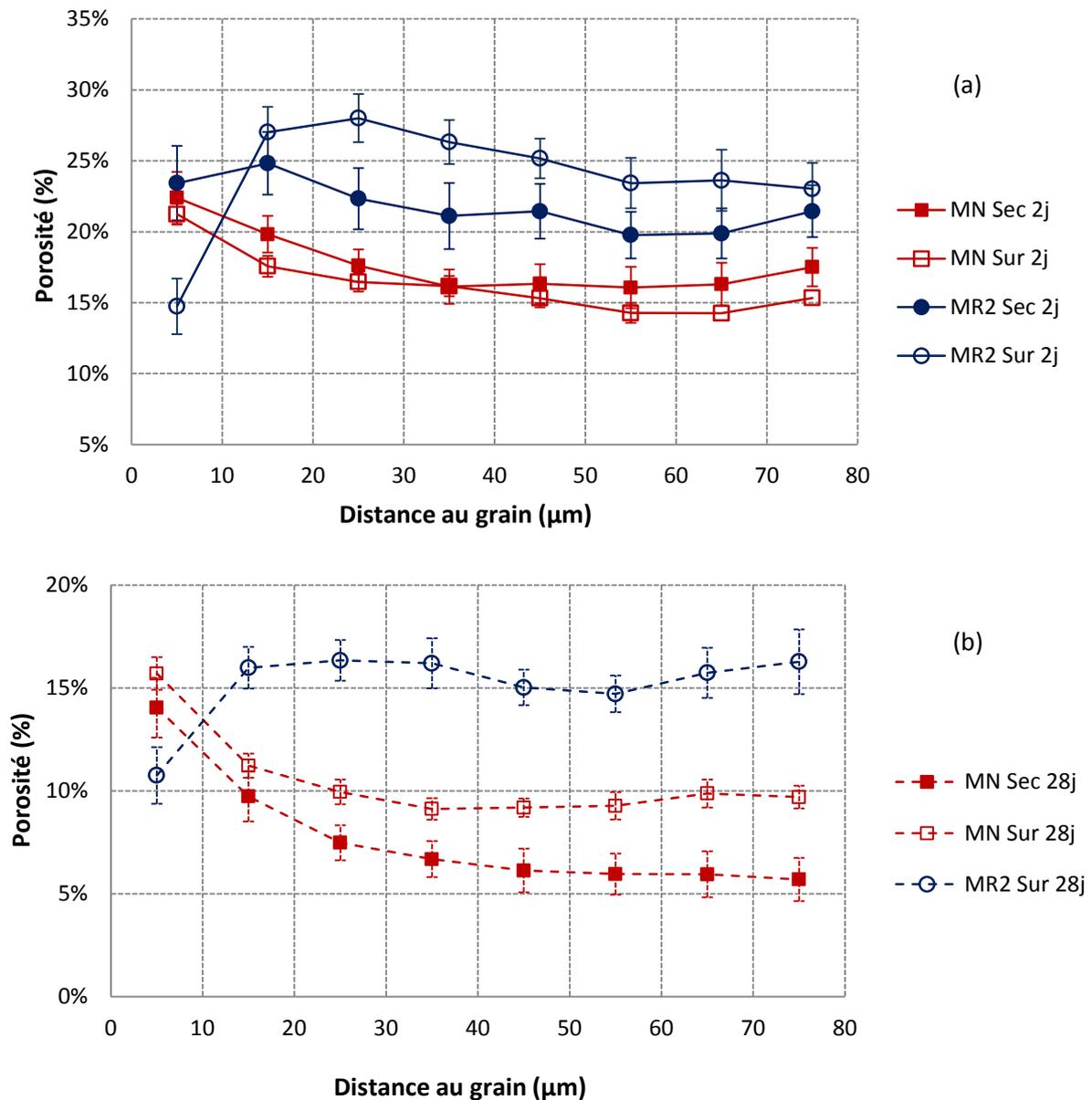


Figure 76 : Distribution de la porosité de l'ITZ à 2 jours (a) et 28 jours (b) d'hydratation (les barres d'erreur correspondent à \pm l'intervalle de confiance $\frac{1.96 \times \sigma}{\sqrt{n}}$, où σ représente l'écart type et n le nombre d'images analysées [108])

Dans le cas du mortier à base de sable recyclé sursaturé, à 2 jours d'hydratation, une chute de porosité importante dans les dix premiers micromètres par rapport à l'ITZ du mortier à base de sable recyclé sec est observée. Cette chute de la porosité est due à la présence de la couche de portlandite à la surface des granulats recyclés. Cependant, quand

on s'éloigne de la surface des granulats, la porosité est plus importante dans le cas du sable recyclé sursaturé.

La porosité moyenne de l'ITZ des mortiers de sable recyclé dans les deux états de saturation n'est pas très différente (21.8 % et 23.9% respectivement pour MR-Sec et MR-Sur). Par contre, l'état de saturation des granulats, dans le cas du sable recyclé, influence significativement la distribution de la porosité dans cette zone.

A 28 jours d'hydratation, dans tous les cas (sauf pour MR-Sec, pour lequel la frontière de l'ITZ n'a pas pu être observée), la porosité de l'ITZ est diminuée par rapport à 2 jours d'hydratation grâce à l'augmentation du degré d'hydratation. Cependant, la porosité de l'ITZ dans le cas MR est plus importante que celle de MN sauf dans les dix premiers microns.

La Figure 77 présente la distribution des produits d'hydratation dans la nouvelle ITZ obtenue par analyse des images MEB des mortiers à 2 jours et 28 jours d'hydratation. Une augmentation importante des hydrates entre 2 jours et 28 jours est observée ce qui explique la chute de la porosité dans cette zone.

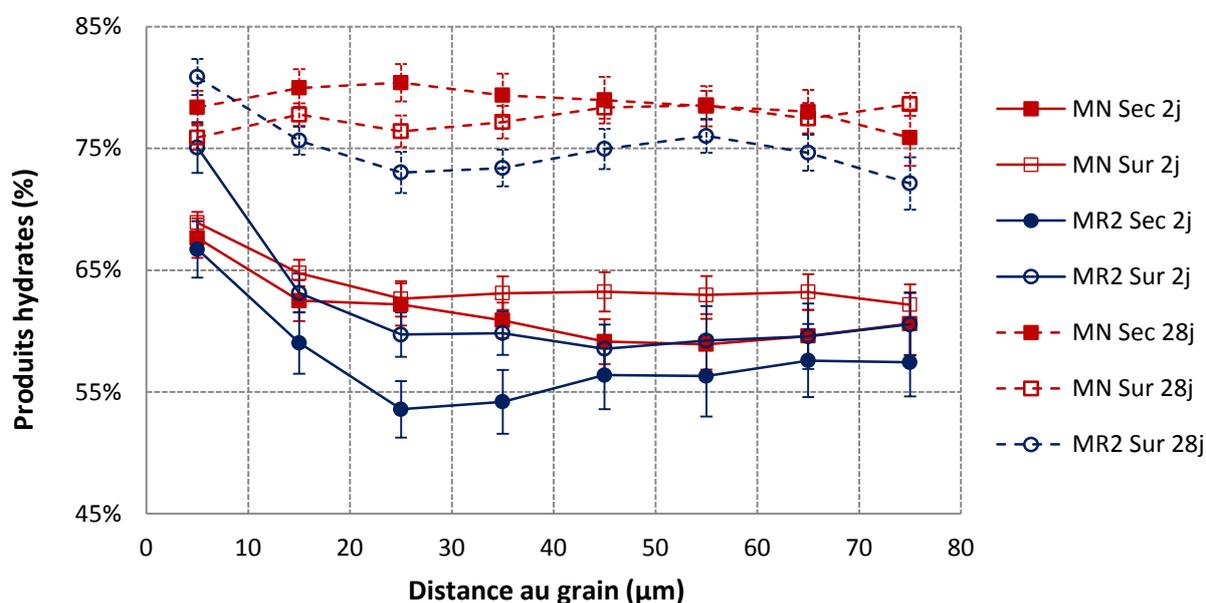


Figure 77 : Distribution des produits hydratés dans l'ITZ à 2 jours et 28 jours d'hydratation des mortiers (les barres d'erreur correspondent à \pm l'intervalle de confiance $\frac{1.96 \times \sigma}{\sqrt{n}}$, où σ représente l'écart type et n le nombre d'images analysées [108])

Il est constaté également que cette augmentation est moins importante dans les dix premiers microns et plus importante quand on s'éloigne de la surface des granulats. Cette

différence peut être attribuée à l'effet de paroi. Ce dernier conduit en effet à une faible concentration des grains anhydres de ciment dans la zone proche de la surface des granulats.

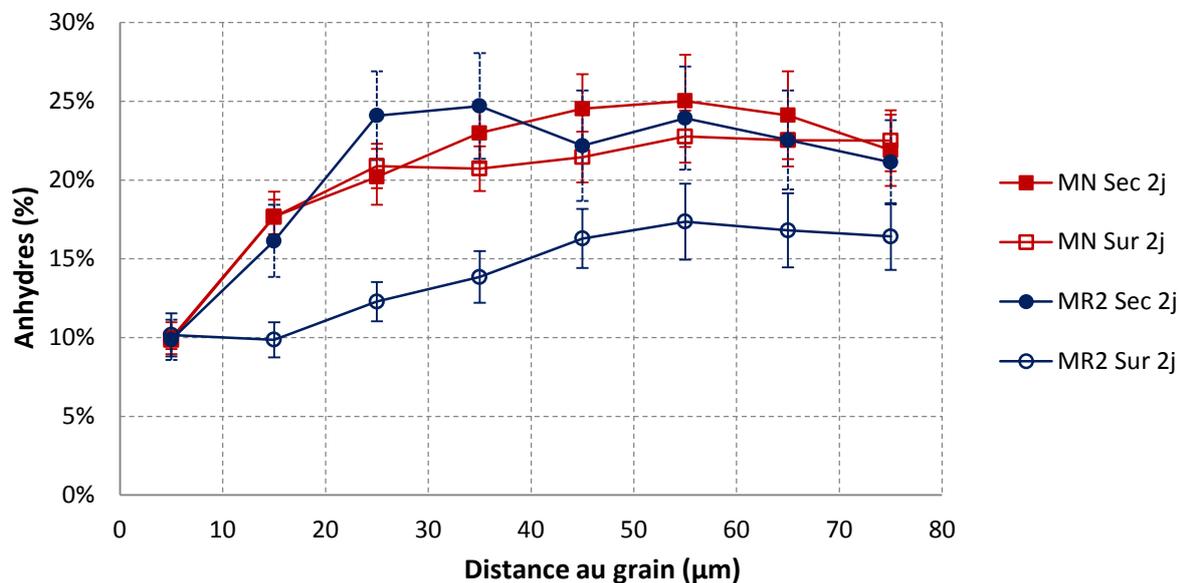


Figure 78 : Distribution de l'anhydre dans l'ITZ à 2 jours d'hydratation (les barres d'erreur correspondent à \pm l'intervalle de confiance $\frac{1.96 \times \sigma}{\sqrt{n}}$, où σ représente l'écart type et n le nombre d'images analysées [108])

La Figure 78 présente la proportion de l'anhydre dans la nouvelle ITZ. Il est constaté que la quantité d'anhydre diminue quand on s'approche la surface des granulats. Cette diminution est plus importante dans le cas de mortier de sable recyclé sursaturé qui présente un plateau de proportions d'anhydre aux dix premiers microns. Comme présenté précédemment, la formation de l'ITZ est due en partie à l'effet de parois. Cette effet est clairement observé ici (voir Figure 78). Cependant, cet effet est plus important dans le cas du sable recyclé à l'état sursaturé. Un relargage d'eau d'absorption des granulats recyclés pourrait avoir repoussé les grains de ciment plus loin de la surface des granulats.

IV-4.4. Analyse de la microstructure par indentation sous MEB

Ensuite, la microstructure des mortiers à base du sable recyclé est caractérisée par l'essai d'indentation sous MEB. Cette technique est utilisée afin de déterminer certaines propriétés mécaniques des matériaux notamment la dureté. Elle consiste à enfoncer un indenteur rigide de géométrie connue perpendiculairement à la surface du matériau à étudier. On suit continûment la profondeur de pénétration « h » en fonction de la charge appliquée « Fz ».

En traçant la courbe de charge-déplacement, on peut déterminer certaines propriétés mécaniques du matériau (la dureté, le module Young,...).

Dans cette partie, on va présenter les essais d'indentation sur les différentes phases étudiées (le granulat naturel, l'ancienne pâte de ciment et la nouvelle pâte de ciment) du mortier à base de sable recyclé dans deux états de saturation, sec et sursaturé. La composition des mortiers est identique que pour l'étude de la microstructure. Les essais sont réalisés sous le MEB comprenant un dispositif de nano-indentation développé au département GCE- École des Mines de Douai.

IV-4.4.1 Appareillage

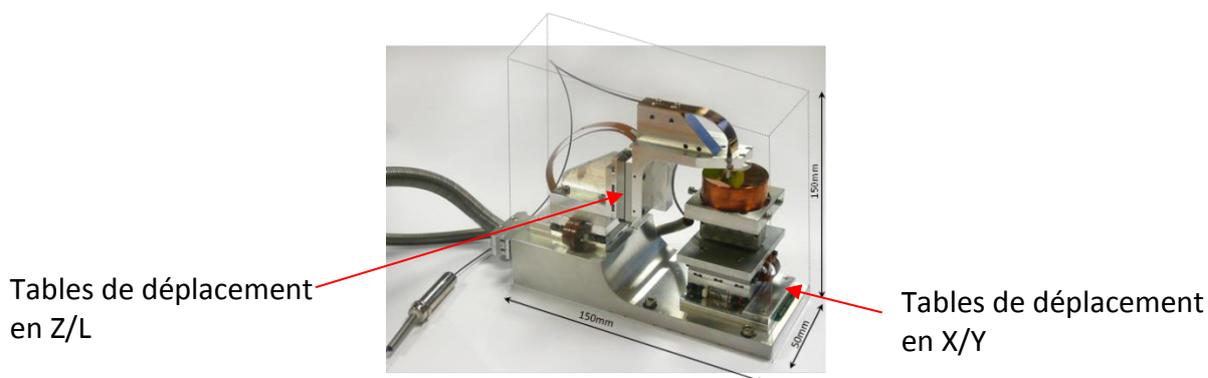


Figure 79 : Dispositif d'indentation

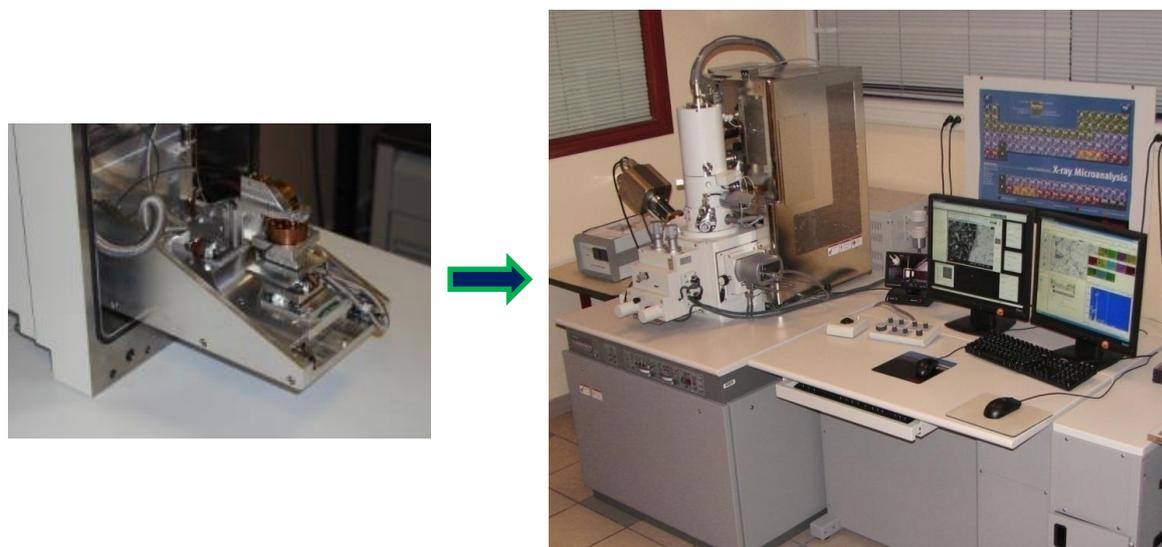


Figure 80 : Installation du dispositif dans la chambre de MEB au département GCE – Ecole des Mines de Douai

Le MEB utilisé est de type HITACHI S-4300SE/N (Figure 80). La mesure d'indentation nécessite un appareillage très précis. Les mesures sont réalisées dans une large gamme de forces : de que quelques dizaines de milli-newtons jusqu'à plusieurs centaines de milli-

newtons, avec une précision de l'ordre du micro-newton. L'appareil est capable de mesurer des profondeurs de pénétration de l'ordre de quelques micromètres avec une résolution de 1 nanomètre.

L'indenteur utilisé est une pointe type Berkovitch modifiée avec une diagonale de 20 μm pour avoir un cône équivalent identique à un indenteur Vickers. Les paramètres géométriques du contact de ce type d'indenteur sont présentés dans l'annexe 8.

Une table de déplacement permet de déplacer l'échantillon dans les deux directions X et Y afin de choisir la zone à indenter. La zone d'analyse est de 20 x 20 mm^2 (Figure 79). Une autre table de déplacement en Z permet de déplacer la pointe verticalement pour mesurer la profondeur d'indentation. La précision de déplacement est de l'ordre de 1 nm. Ce déplacement est contrôlé par un laser (Figure 81).

Une cellule de force de 1N maximum avec une précision de 0,5mN est mise en place dans le dispositif (Figure 81).

Le dispositif est connecté à un système de contrôle pour mesurer la force et le déplacement de la tête de mesure.

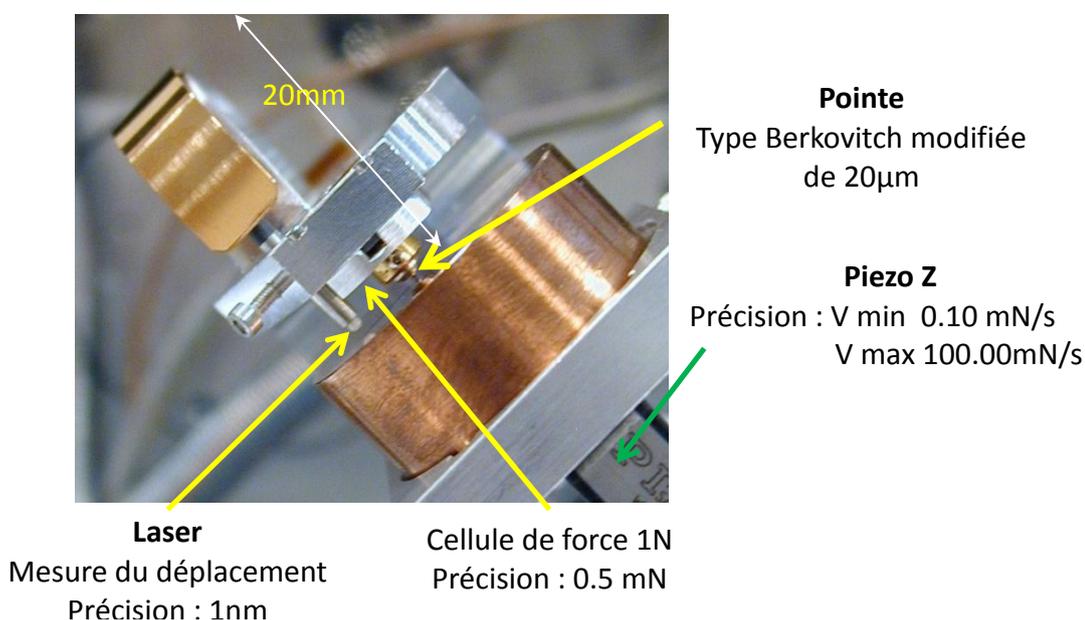


Figure 81 : Tête de mesure du dispositif

Avantages du système :

- Ce dispositif permet de travailler avec une résolution supérieure à la microscopie optique généralement utilisée pour l'indentation des matériaux.

- Il permet également de travailler en direct pour voir le comportement du matériau au cours d'indentation donc de choisir une zone appropriée pour la mesure (éviter les pores, les zones endommagées, les fissures,...).

IV-4.4.2 Expérimentations

Une première observation sous le MEB est réalisée pour identifier les zones à indenter. Une fois la zone choisie, l'indenteur est déplacé vers ce point pour réaliser l'essai (Figure 82 et Figure 83). La force et le déplacement vertical de l'indenteur (enfoncement) sont enregistrés.

- La force maximale appliquée a été choisi à 100mN. Cette valeur correspond à une taille de l'empreinte raisonnable pour analyser toutes les phases étudiées.
- La charge est appliquée avec une vitesse de 3mN/s jusqu'à la force maximale.
- L'évolution de la charge et l'enfoncement est enregistrée afin de tracer la courbe charge-déplacement.

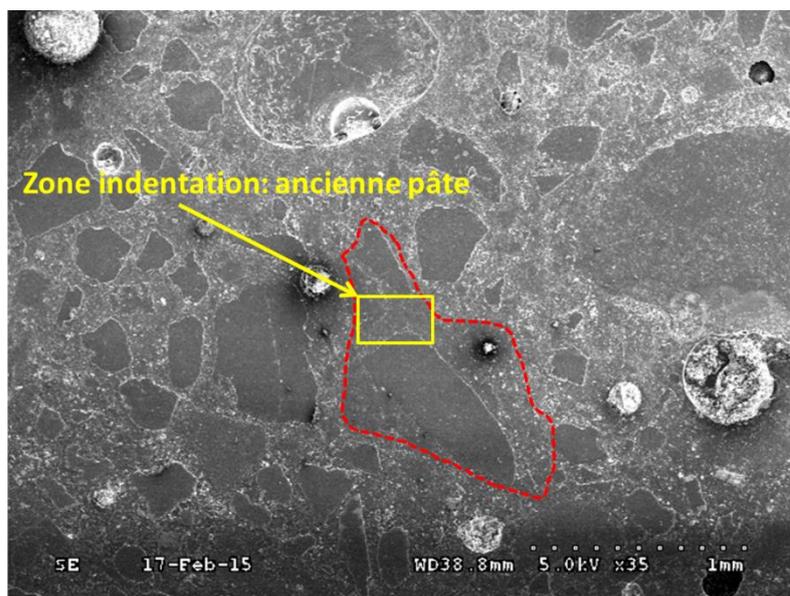
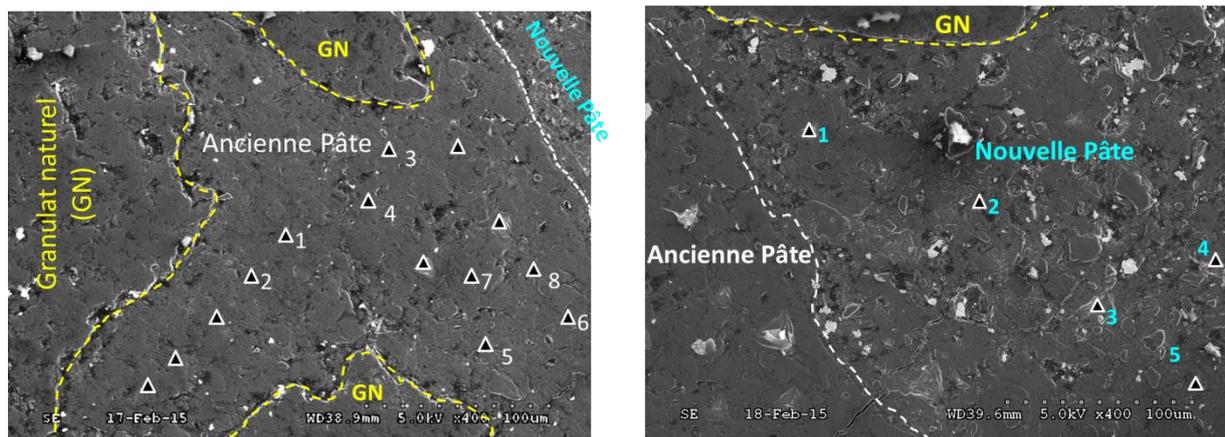


Figure 82 : Une zone favorable choisie en présence d'un grain du sable recyclé (ligne pointillé)

Dans notre étude, on a choisi une zone représentant un grain de sable recyclé enrobé par la nouvelle pâte de ciment. Cette zone nous permet de réaliser des essais d'indentation sur différentes phases dans le mortier contenant du sable recyclé (les granulats naturels, l'ancienne pâte de ciment, la nouvelle pâte de ciment). Une fois la zone choisie, une série d'essais a été réalisée. Il y a au moins une douze de points pour chaque phase.



Indentation sur la zone de l'ancienne pâte de ciment

Indentation sur la zone de la nouvelle pâte de ciment

Figure 83 : Essai d'indentation sur la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment

Le détail de traitement des données est présenté dans l'annexe 8. Un programme sous Matlab a été créé afin de traiter les données. Dans ce programme, les deux duretés Martens (H_M) et Oliver & Pharr (H_{IT}) sont déterminées. En fait, la dureté Martens (H_M) est utilisée pour les essais d'indentation à l'échelle micrométrique. Dans notre cas, les essais sont réalisés à l'échelle micrométrique donc la dureté Martens est plus pertinente à analyser.

IV-4.4.3 Résultats et discussions

La Figure 84 présente la comparaison de la valeur d'enfoncement maximale de l'indenteur dans les phases étudiées. Plus la valeur de l'enfoncement est grande, plus les propriétés mécaniques, notamment la dureté, sont faibles. Il est observé que l'enfoncement dans la nouvelle pâte de ciment est plus élevé que dans les deux autres phases. De plus, la valeur d'enfoncement dans la nouvelle pâte dans les deux mortiers à base de sable recyclé sec ou sursaturé est identique. Ce résultat conforte les mesures de résistances en compression présentées précédemment : l'état de saturation initial ne semble pas influencer beaucoup les propriétés mécaniques des mortiers. Il faut toutefois noter ici que seule la matrice de ciment loin des granulats a été étudiée, nos mesures d'indentation ne concernent pas l'ITZ.

Les moyennes des mesures des différentes phases du mortier à base du sable recyclé SR_2 à deux états hydriques, sec et sursaturé, et du gravillon recyclé sont présentés dans le Tableau 28. Ces sont les résultats moyens d'au moins de douze mesures sur la nouvelle et l'ancienne pâte de ciment et de six mesures sur le granulat naturel.

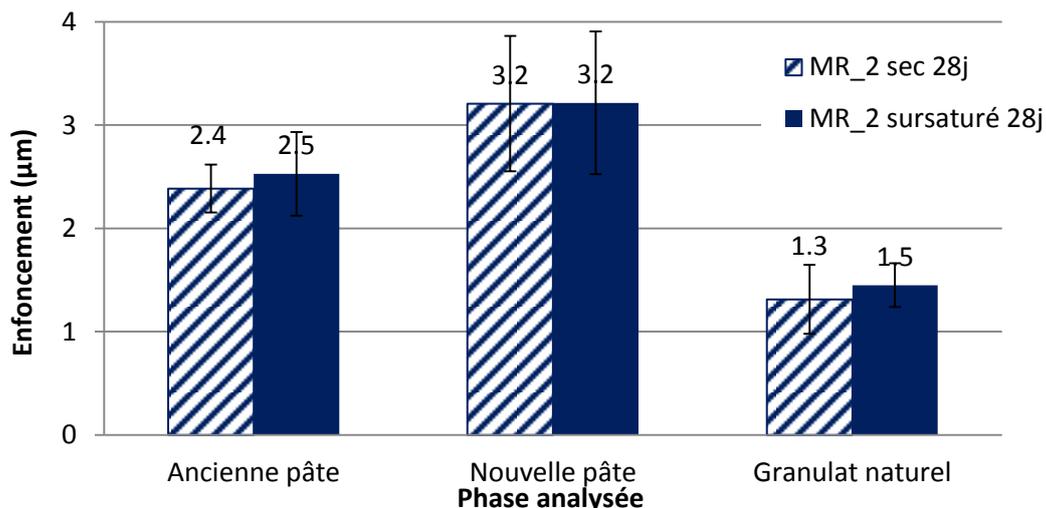


Figure 84 : Enfoncement de l'indenteur dans les phases étudiées

Tableau 28 : Bilan des résultats obtenus par l'essai d'indentation

Nom échantillon	Nomination des phases		E_0^* (GPa)		H_M (GPa)		Enfoncement (μm)	
			Moyenne	ET	Moyenne	ET	Moyenne	ET
Mortier à base du sable recyclé sec à 28j (MR-Sec28)	Ancienne pâte	VP	18.7	3.9	0.7	0.13	2.4	0.2
	Nouvelle pâte	NP	12.7	4.5	0.32	0.07	3.2	0.7
	Granulat naturel	GN	50.3	13.0	2.66	1.21	1.3	0.3
Gravillon recyclé	Ancienne pâte	VP	22.6	3.6	0.91	0.04	2.1	0.05
Mortier à base du sable recyclé sursaturé à 28j (MR-Sur28)	ancienne pâte	VP	18.9	8.2	0.66	0.29	2,5	0.4
	Nouvelle pâte	NP	13.4	4.8	0.44	0.16	3,2	0.7
	Granulat naturel	GN	37.4	4.7	1.85	0.49	1.5	0.2

* : cette valeur correspond à une charge donnée (100mN). Il faut faire des mesures à plusieurs charges car le module Young évolue en fonction de la charge.

Généralement, quel que soit l'échantillon, les valeurs du module d'Young (ou de la dureté) mesurées sur une phase donnée sont proches. Ainsi, l'état de saturation initial du sable recyclé ne semble pas modifier les propriétés mécaniques de ces trois phases. Le module d'Young de la nouvelle pâte est de l'ordre de 13 GPa, celui de l'ancienne pâte est

d'environ 19 GPa et celui du granulats naturel d'environ 45 GPa. Pour les matériaux étudiés, la nouvelle pâte de ciment semble donc posséder un module élastique inférieur à celui de l'ancienne pâte. Toutefois l'écart du module élastique est beaucoup plus important entre l'ancienne pâte de ciment et le granulats naturel. La concentration maximale de contraintes et de déformations pourrait donc se trouver de préférence dans l'ancienne pâte de ciment.

IV-5. Conclusions

A l'échelle macroscopique, une chute d'environ 20 MPa de la résistance en compression à 28 jours a été observée lorsque le sable naturel est remplacé par le sable recyclé.

L'étude des paramètres p et q des granulats recyclés selon le modèle de De Larrard montre que, dans notre cas, une bonne adhérence entre la nouvelle pâte de ciment et les granulats recyclés est trouvée avec une valeur élevée de « p » (1.298). Cette bonne adhérence est probablement due à une bonne affinité chimique entre les deux pâtes de ciment au sein desquelles on pourrait trouver le transport d'hydrates. En plus, la rugosité de surface du sable recyclé grâce à la présence de la pâte de ciment adhérente peut être une des raisons de cette bonne adhérence. Cette rugosité a été mise en évidence par les observations de la morphologie du sable recyclé sous le MEB.

En revanche, un rapport « p/q » assez faible (99.6 MPa) a été obtenu par rapport aux granulats naturels courants. Il existe donc un effet plafond important qui va limiter la résistance maximale de mortier à base de sable recyclé.

A l'échelle microscopique, à deux jours d'hydratation, la frontière entre l'ancienne et la nouvelle pâte de ciment peut être distinguée facilement grâce à la différence de maturité entre les deux matrices de ciment quel que soit l'état de saturation du sable recyclé (sec ou sursaturé). Dans les deux cas, le sable à l'état sec et sursaturé, nous pouvons noter la formation d'un film duplex à la surface de l'ancienne pâte de ciment. Il est toutefois plus épais et plus continu quand les granulats sont saturés.

A 28 jours d'hydratation, la frontière entre l'ancienne et la nouvelle pâte de ciment devient difficile à visualiser à cause de la continuité entre les deux matrices cimentaires. En revanche, dans le cas du mortier à base du sable recyclé sursaturé, la couche de portlandite entre les deux pâtes de ciment persiste et permet de visualiser la frontière.

Dans tous les cas, la porosité moyenne de l'ITZ de mortier du sable recyclé est plus importante que celle de mortier du sable naturel. Ce résultat est en accord avec l'étude précédente sur les granulats naturels poreux [71]. De plus, comme nous l'avons montré dans le chapitre II, il n'est pas simple de mesurer l'absorption d'eau pour ces matériaux poreux et donc de maîtriser le rapport E_{eff}/C .

L'état de saturation initial des granulats a une influence très faible sur la porosité moyenne de la nouvelle ITZ et les résistances en compression pour les granulats étudiés. La porosité moyenne de l'ITZ dans ces deux mortiers à base de sable recyclé (sec et sursaturé) est identique. En revanche, l'influence de l'état de saturation des granulats sur la distribution de la porosité dans la nouvelle ITZ est importante.

Les résultats des essais d'indentation sous MEB montrent que la dureté de la nouvelle pâte de ciment dans les deux mortiers (MR Sec et MR Sur) à 28 jours est quasi identique. Mais elle est un peu plus faible que celle de l'ancienne pâte de ciment adhérente et beaucoup plus faible que celle des granulats naturels. Les modules élastiques de l'ancienne et de la nouvelle pâte de ciment sont très proches. Par contre, la différence de module élastique entre l'ancienne pâte et les granulats naturels est très importante. La concentration maximale de contraintes et de déformations pourrait donc être obtenue dans la zone d'interphase entre granulat naturel et ancienne pâte de ciment.

Pour les mortiers à base de sable recyclé, les résultats d'analyse d'images confirment que les porosités moyennes des deux ITZ sont très proches quel que soit l'état de saturation initial des granulats. Les résultats d'essai d'indentation confirment également que les propriétés des deux nouvelles pâtes sont très proches. A l'échelle microscopique, nous n'observons donc pas de différences importantes entre le mortier de sable recyclé à l'état sec et celui à l'état saturé en ce qui concerne la porosité et la dureté des nouvelles pâtes de ciment. Ces observations sont en accord avec la faible différence de résistance en compression entre le mortier contenant du sable recyclé à l'état sec et sursaturé

Les résultats de ce chapitre ont fait l'objet de deux communications (CIGOS 2015 [109] et EMABM 15 [110]).

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

Le recyclage des déchets de C&D est de plus en plus nécessaire afin de protéger l'environnement et les ressources naturelles. Une des solutions est d'utiliser ce type de déchets comme granulats dans le nouveau béton. Cependant certains obstacles empêchent le développement de cette voie de valorisation. La caractérisation des GBR et une meilleure compréhension des propriétés des bétons fabriqués avec ces derniers permettraient de promouvoir l'utilisation des GBR. L'objectif de cette étude était d'étudier l'influence de l'état de saturation des GBR, notamment du sable recyclé, sur le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers.

Premièrement, la caractérisation des propriétés du sable recyclé a été réalisée. Une méthode thermique, en déterminant la perte de masse au four de 105°C à 475°C, a été utilisée afin d'estimer la teneur en pâte de ciment adhérente des fractions granulaire du sable recyclé. Les résultats montrent que la teneur en pâte de ciment adhérent augmente quasi linéairement lorsque la taille des granulats diminue. Ce résultat est en accord avec les résultats obtenus précédemment par Zhao [17].

- Par la suite, différentes méthodes de mesure de l'absorption d'eau du sable recyclé ont été employées. Une sous-estimation de l'absorption d'eau du sable recyclé a été obtenue par la méthode normalisée EN 1097-6. Tandis que les méthodes IFSTTAR N°78 et Évaporométrie surestiment l'absorption d'eau du sable recyclé. Une méthode indirecte, par extrapolation, de mesure de l'absorption d'eau des fines a été utilisée. Cette méthode est basée sur la relation linéaire entre la teneur en pâte des fractions granulaires et leur absorption d'eau. L'absorption d'eau des fractions fines ($d < 0.8\text{mm}$) est extrapolée à partir des résultats de mesure d'absorption d'eau des fractions grossières et de la connaissance de la teneur en pâte de ciment adhérente des fractions granulaire grossières. Enfin, en connaissant la proportion des différentes fractions, il est possible de calculer l'absorption d'eau du sable recyclé. Cette méthode donne des valeurs d'absorption d'eau des sables SR_1 et SR_2 respectivement de 9.0% et 9.6%.

Deuxièmement, l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur le comportement à l'état frais en utilisant un mode de pré-saturation en bidon étanche pour la préparation du sable utilisé à l'état humide a été étudiée.

Dans tous les cas, la maniabilité des mortiers contenant du sable recyclé est moins importante que celle du mortier contenant du sable naturel de même granulométrie. La maniabilité du mortier contenant du sable recyclé à l'état sec est plus importante que celle du mortier contenant du sable recyclé à l'état sursaturé. Cette différence est due à une quantité d'eau à T_0 plus importante dans les mortiers de sable sec (eau efficace + eau d'absorption).

La granulométrie du sable recyclé a une influence importante sur la maniabilité des mortiers. La compacité du squelette granulaire du sable SR_1 est plus importante que celle du sable SR_2. Comme les deux mortiers possèdent le même volume de pâte de ciment, le mortier contenant SR_1 (plus compact) est donc plus maniable car il présente un desserrement par la pâte plus important que celui contenant SR_2.

La maniabilité des mortiers contenant du sable recyclé est influencée par le temps de pré-saturation du sable utilisé. Les résultats montrent que le mortier est moins maniable lorsque le temps de pré-saturation des granulats augmente. Ce résultat est dû à la cinétique d'absorption d'eau du sable recyclé. L'état d'équilibre hydrique dans le bidon de pré-saturation est atteint lorsque le temps de pré-saturation est suffisant (à partir de 7 jours).

L'influence de l'état de saturation sur la maniabilité a été étudiée en pré-saturant pendant 2 semaines du sable recyclé avec des teneurs en eau de pré-saturation variant de 0% à 30%. Les résultats montrent que l'état de saturation initial du sable recyclé influence significativement la maniabilité du mortier. Un palier d'étalement a été trouvé à $W=14\%$. De plus, la masse résiduelle du bidon de pré-saturation est également enregistrée après chaque essai. Cette valeur nous indique l'eau en excès dans le bidon. En dessous de $W=11\%$, la masse résiduelle du bidon est quasi nulle. A partir des mesures d'étalement et de la masse résiduelle du bidon, l'absorption d'eau du sable recyclé pourrait être estimée entre 11 et 14%. Ce résultat est toutefois surestimé car la présence, au cours de la saturation en bidons, de forces capillaires provoque la formation d'agglomérats de fines particules. Une nouvelle mesure de l'absorption d'eau par extrapolation, avec un mode de saturation en bidons,

donne une valeur d'absorption légèrement supérieure à celle obtenue avec un mode de saturation par immersion totale (9.5%) pour le sable recyclé SR_1.

L'influence de l'état de saturation des granulats sur le comportement à l'état durci des mortiers a été étudiée.

A l'échelle macroscopique, des essais mécaniques ont été réalisés pour évaluer l'effet plafond du sable recyclé. Cette étude s'est basée sur le modèle de F. De Larrard [95] en déterminant les paramètres intrinsèques « p » et « q » des granulats. Une valeur élevée de « p », caractérisant l'adhérence des granulats recyclés, a été trouvée. Ce résultat nous montre une bonne liaison entre la nouvelle pâte de ciment et les granulats recyclés après 28 jours de durcissement. Ce résultat peut être attribué à une bonne affinité chimique entre l'ancienne et la nouvelle pâte de ciment et une rugosité importante du sable recyclé. De plus, un rapport p/q assez faible par rapport aux granulats naturels courants a été observé. Il montre donc un effet plafond important de notre sable recyclé qui limite la résistance maximale du mortier lorsque des pâtes à faible rapport E_{eff}/C sont utilisées. Pour les rapports E_{eff}/C intermédiaire (0.5 par exemple), la résistance du mortier pourrait être dépendre à la fois la résistance de la pâte de ciment et la résistance des granulats recyclés.

Une comparaison de la résistance en compression des mortiers contenant du sable recyclé (SR_2) et du sable naturel (SN) de même granulométrie dans deux états de saturation (sec et sursaturé) a été faite. Une chute de la résistance en compression à 28 jours de 20MPa en remplaçant le sable naturel par le sable recyclé a été observée. Par contre, l'état de saturation initial des granulats recyclés, dans notre cas, a peu d'influence sur la résistance en compression.

A l'échelle microscopique, la porosité moyenne de la nouvelle ITZ du mortier de sable recyclé (SR_2) est plus importante que celle du mortier de sable naturel (SN). L'influence de l'état de saturation initial du sable recyclé sur la porosité moyenne de l'ITZ est faible. Par contre, l'état de saturation influence significativement la distribution de la porosité de la nouvelle ITZ. La dureté et le module élastique des différentes phases (la nouvelle pâte de ciment, l'ancienne pâte de ciment et le granulat naturel) du mortier contenant du sable recyclé dans deux états d'humidité (secs et sursaturé) à 28 jours de durcissement ont été mesurés par indentation sous le MEB. . Cette technique nous permet de travailler en direct et de choisir la zone à indenter. Les résultats montrent que la dureté des deux matrices de

ciment de deux mortiers (MR Sec et MR Sur) à 28 jours est identique. L'influence de l'état de saturation sur la microstructure, dans notre cas, semble donc faible. L'écart entre le module élastique de l'ancienne et la nouvelle pâte de ciment est faible. Mais la différence du module élastique entre l'ancienne pâte et les granulats naturels est très importante. La concentration de contraintes et de déformations devrait ainsi être maximale dans l'ancienne ITZ entre les deux.

A l'échelle microscopique, en ce qui concerne la porosité de l'ITZ et la dureté des nouvelles pâtes de ciment, il y a peu de différences importantes entre le mortier de sable recyclé à l'état sec et celui à l'état saturé. Ces observations sont en accords avec la faible différence de résistance en compression entre le mortier contenant du sable recyclé à l'état sec et sursaturé.

Perspectives

1. Plusieurs résultats obtenus dans nos travaux suggèrent que la présence de pâte de ciment durcie au sein des GBR pourrait jouer un rôle chimique sur le comportement à l'état frais et sur la microstructure de l'ITZ.

En effet, dans notre étude sur l'influence du degré de saturation des sables recyclés sur la maniabilité, un second palier a été observé pour des teneurs en eau supérieures à $W=18\%$. Ce palier n'a pas pu être expliqué à partir de considérations physiques. Une dissolution importante d'ions dans l'eau de pré-saturation en excès pourrait entraîner une accélération des réactions d'hydratation et un raidissement précoce du mortier. Par ailleurs, la précipitation importante de portlandite à la surface de l'ancienne pâte de ciment, observée dans les mortiers contenant du sable sursaturé pourrait également être liée à des transferts d'ions. L'influence de la composition chimique de l'ancienne pâte et du mode de saturation sur les échanges ioniques se produisant à l'état frais et durcissant pourrait ainsi expliquer certaines différences observées entre les mortiers de sable sec et sursaturé.

2. Dans notre étude, l'influence de l'état de saturation du sable recyclé sur les propriétés à l'état frais et durci des mortiers a été explorée. Par la suite, une étude à l'échelle du béton pourrait être envisagée pour vérifier si les résultats obtenus

peuvent être étendus à des grains de dimensions plus importantes. En effet, dans le cas des gravillons recyclés, la cinétique d'absorption pourrait jouer un rôle plus important que pour les sables. Afin de ne pas cumuler les difficultés, dans un premier temps, l'utilisation de gravillons recyclés et de sable naturel pour la fabrication du béton serait préférable afin d'étudier l'influence de l'état de saturation des gravillons recyclés sur la maniabilité du béton.

Enfin, un béton incorporant des gravillons et du sable recyclé pourrait être formulé pour étudier un recyclage complet des GBR.

3. Nos résultats montrent que l'influence de l'état de saturation sur la méso-porosité moyenne de la nouvelle ITZ du mortier contenant du sable recyclé est faible. En revanche, l'état de saturation influence significativement la distribution de la méso-porosité dans la nouvelle ITZ. En utilisant la technique d'indentation sous MEB couplée à l'analyse d'images un profil de dureté à partir de la frontière entre l'ancienne et la nouvelle pâte de ciment vers la nouvelle matrice de ciment pourrait être identifié. Ce résultat pourrait servir ensuite à alimenter une modélisation mécanique afin d'étudier plus précisément l'influence des caractéristiques de l'ITZ (porosité moyenne, gradient de porosité, largeur de l'ITZ, ...) sur le comportement mécanique macroscopique des mortiers.

Références

- [1] F. Christian and W. Mads, "EU as a Recycling Society. Present recycling levels of Municipal Waste and Construction & Demolition Waste in the EU," no. April. pp. 1 – 73, 2009.
- [2] G. A. Blengini, E. Garbarino, S. Šolar, D. J. Shields, T. Hámor, R. Vinai, and Z. Agioutantis, "Life Cycle Assessment guidelines for the sustainable production and recycling of aggregates: the Sustainable Aggregates Resource Management project (SARMa)," *J. Clean. Prod.*, vol. 27, pp. 177–181, May 2012.
- [3] Z. Zhao, "Valorisations des fines de concassage de béton pour la fabrication de mortiers," Université Lille 1, 2014.
- [4] UNPG, "Les chiffres clés sur les granulats en 2013," http://www.unpg.fr/dossiers/biblioth__que/granulats__les_chiffres_cles_2013..
- [5] M. Sogo, T. Sogabe, I. Maruyama, R. Sato, and K. Kawai, "Shear Behavior of Reinforced Recycled Concrete," in *RILEM proceeding 40*, 2004, pp. 610–618.
- [6] D.-T. Dao, "(Multi-)recyclage du béton hydraulique," Ifsttar Nantes, Nantes, 2012.
- [7] J. Shi and Y. Xu, "Estimation and forecasting of concrete debris amount in China," *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 49, no. 2, pp. 147–158, 2006.
- [8] X. Li, "Recycling and reuse of waste concrete in China. Part I. Material behavior of recycled aggregate concrete," *Resour. Conserv. Recycl.*, vol. 53, no. 3, pp. 107–112, 2009.
- [9] R. El Dalati, P. Matar, E. Youssef, S. Yotte, F. Homsy, and S. Haykal, "Recommendations for recycling, processing and reuse of concrete," in *Proceeding of IMECE2007*, 2007, no. November 2007.
- [10] M. Rubaud, J. Pasquet, and F. Bourgeois, "Recyclage des matériaux de construction: les nouvelles filières pour préserver l'environnement," *Géosciences*, no. 1, pp. 48–52, 2005.
- [11] S. Nagataki, A. Gokce, T. Saeki, and M. Hisada, "Assessment of recycling process

- induced damage sensitivity of recycled concrete aggregates,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 34, no. 6, pp. 965–971, Jun. 2004.
- [12] E. Wirquin, R. Hadjieva-zaharieva, and F. Buyle-bodin, “Utilisation de l’absorption d’eau des bétons comme critères de leur durabilité - Application aux bétons de granulats recyclés (in French),” *Mater. Struct.*, vol. 33, no. July, pp. 403–408, 2000.
- [13] A. K. Padmini, K. Ramamurthy, and M. S. Mathews, “Influence of parent concrete on the properties of recycled aggregate concrete,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 23, no. 2, pp. 829–836, Feb. 2009.
- [14] M. S. de Juan and P. A. Gutiérrez, “Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 23, no. 2, pp. 872–877, Feb. 2009.
- [15] L. Berredjem and N. Arabi, “Les matériaux de démolition une source de granulats pour béton: formulation et caractérisation d’un béton à base de ces recyclés,” in *1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET*, 2009, pp. 255–262.
- [16] M. Etxeberria, E. Vázquez, A. Marí, and C. F. Hendriks, “The Role and Influence of Recycled Aggregate, in Recycled Aggregate Concrete,” in *Int RILEM Conf on the Use of Recycled materials in building and Structures*, 2004, no. November, pp. 665–674.
- [17] Z. Zhao, S. Remond, D. Damidot, and W. Xu, “Influence of hardened cement paste content on the water absorption of fine recycled concrete aggregates,” *J. Sustain. Cem. Mater.*, vol. 2, no. 3–4, pp. 186–203, 2013.
- [18] M. Sanchez de Juan and P. Alaejos Gutiérrez, “Influence of Attached Mortar Content on the Properties of Recycled Concrete Aggregate,” in *Int RILEM Conf on the Use of Recycled materials in building and Structures*, 2004, no. November, pp. 536–544.
- [19] P. Stutzman and L. Stefan, “Phase Composition Analysis of the NIST Reference Clinkers by Optical Microscopy and X-ray Powder Diffraction Reference Clinkers by Optical Diffraction,” 2002.
- [20] W. A. Gutteridge, “On the dissolution of the interstitial phases in portland cement,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 9, pp. 319–324, 1979.

- [21] K. Luke and F. P. Glesser, "Selective dissolution of hydrated blast furnace slag cements," *Cem. Concr. Res.*, vol. 17, no. c, pp. 273–282, 1987.
- [22] G. Le Saoût, E. Lécolier, A. Rivereau, and H. Zanni, "Chemical structure of cement aged at normal and elevated temperatures and pressures, Part II: Low permeability class G oilwell cement," *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 3, pp. 428–433, 2006.
- [23] S. Ohsawa, K. Asaga, S. Goto, and M. Daimon, "Quantitative determination of fly ash in the hydrated fly ash-CaSO₄·2H₂O-Ca(OH)₂ system," *Cem. Concr. Res.*, vol. 15, no. 5, pp. 357–366, 1985.
- [24] A. Abbas, G. Fathifazl, O. B. Isgor, A. G. Razaqpur, and B. Fournier, "Proposed Method for Determining the Residual Mortar," *J. ASTM International*, vol. 5, no. 1, pp. 1–12, 2007.
- [25] A. Abbas, G. Fathifazl, B. Fournier, O. B. Isgor, R. Zavadil, A. G. Razaqpur, and S. Foo, "Quantification of the residual mortar content in recycled concrete aggregates by image analysis," *Mater. Charact.*, vol. 60, no. 7, pp. 716–728, Jul. 2009.
- [26] F. Yagishita, M. Sano, and M. Yamada, "Behaviour of reinforced concrete beams containing recycled coarse aggregate," in *Third International RILEM Symposium: Demolition and reuse of concrete and masonry*, 1994, pp. 384–399.
- [27] M. Etxeberria, E. Vázquez, A. Marí, and M. Barra, "Influence of amount of recycled coarse aggregates and production process on properties of recycled aggregate concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 37, no. 5, pp. 735–742, May 2007.
- [28] T. C. Hansen and H. Narud, "Strength of Recycled Concrete Made From Crushed Concrete Coarse Aggregate," *Concr. Int.*, vol. 5, no. 01, pp. 79–83, 1983.
- [29] İ. B. Topçu and S. Şengel, "Properties of concretes produced with waste concrete aggregate," *Cem. Concr. Res.*, vol. 34, no. 8, pp. 1307–1312, Aug. 2004.
- [30] W. Pietsch, "Agglomeration processes," *VCH*, vol. 129, no. 1–3, p. 161, Jan. 2002.
- [31] R. Collet, "Critères de malaxabilité des mélanges granulaires humides," Université de Toulouse, 2010.
- [32] NF EN 1097-6, "Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats Partie6: Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient

- d'absorption d'eau," 2001.
- [33] ASTM C 127-07., "Standard Test Method for Density , Relative Density (Specific Gravity), and Absorption of Coarse Aggregate 1," in *ASTM*, 2007, pp. 1–6.
- [34] BS 812: part 2, "testing aggregates-part 2: methods for determination of density," in *BS*, 1995.
- [35] V. W. Y. Tam, X. F. Gao, C. M. Tam, and C. H. Chan, "New approach in measuring water absorption of recycled aggregates," *Constr. Build. Mater.*, vol. 22, no. 3, pp. 364–369, Mar. 2008.
- [36] A. Djerbi Tegguer, "Determining the water absorption of recycled aggregates utilizing hydrostatic weighing approach," *Constr. Build. Mater.*, vol. 27, no. 1, pp. 112–116, Feb. 2012.
- [37] A. Z. Bendimerad, E. Roziere, and A. Loukili, "Combined experimental methods to assess absorption rate of natural and recycled aggregates," *Mater. Struct.*, 2014.
- [38] ASTM C128-04, "Standard Test Method for Density , Relative Density (Specific Gravity), and Absorption of fine aggregate," no. August, pp. 1–6, 2004.
- [39] IFSTTAR, "Méthode essai n°78 - Essai sur granulats pour béton. Mesure de l'absorption totale d'eau par un sable concassé," 2011.
- [40] J. S. Dana and R. J. Peters, "Experimental moisture determination for defining saturated surface dry state of highway aggregates," Arizona Highway Department, 1974.
- [41] P. S. Kandhal, R. B. Mallick, and M. Huner, "Development of new test method for measuring bulk specific gravity of fine aggregates," National Center for Asphalt Technology - Alabama, 1999.
- [42] P. Gentilini, O. Yazoghli-Marzouk, V. Delmotte, and Y. Descantes, "Determination of the water content of fillerised fine aggregates in the saturated surface dry state," *Constr. Build. Mater.*, vol. 98, pp. 662–670, 2015.
- [43] J.-M. Mechling, A. Lecomte, and K. Merriaux, "Mesure de l'absorption d'eau des additions minérales des bétons par évaporométrie," *Mater. Struct.*, vol. 36, pp. 32–39, 2003.

- [44] V. Corinaldesi and G. Moriconi, "Influence of mineral additions on the performance of 100% recycled aggregate concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 23, no. 8, pp. 2869–2876, Aug. 2009.
- [45] P. Marco, "A conceptual model to design recycled aggregate concrete for structural applications," Università degli studi de salerno, 2014.
- [46] C. S. Poon, Z. H. Shui, L. Lam, H. Fok, and S. C. Kou, "Influence of moisture states of natural and recycled aggregates on the slump and compressive strength of concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 34, no. 1, pp. 31–36, Jan. 2004.
- [47] P. C. Yong and D. C. L. Teo, "Utilisation of Recycled Aggregate as Coarse Aggregate in Concrete," *UNIMAS E-Journal Civ. Eng.*, vol. 1, no. 1, pp. 1–6, 2009.
- [48] C. S. Poon, L. Lam, and S. C. Kou, "Influence of recycled aggregate on slump and bleeding of fresh concrete," *Mater. Struct.*, vol. 40, pp. 981–988, 2007.
- [49] S. C. Kou, C. S. Poon, and D. Chan, "Influence of Fly Ash as Cement Replacement on the Properties of Recycled Aggregate Concrete," *J. Mater. Civ. Eng.*, vol. 19, no. 9, pp. 709–717, 2007.
- [50] K. K. Sagoe-Crentsil, T. Brown, and A. H. Taylor, "Performance of concrete made with commercially produced coarse recycled concrete aggregate," *Cem. Concr. Res.*, vol. 31, no. 5, pp. 707–712, May 2001.
- [51] J. M. Khatib, "Properties of concrete incorporating fine recycled aggregate," *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 4, pp. 763–769, 2005.
- [52] P. Pereira, L. Evangelista, and J. De Brito, "The effect of superplasticisers on the workability and compressive strength of concrete made with fine recycled concrete aggregates," *Constr. Build. Mater.*, vol. 28, no. 1, pp. 722–729, 2012.
- [53] Z. Zhao, S. Remond, D. Damidot, and W. Xu, "Influence of fine recycled concrete aggregates on the properties of mortars," *Constr. Build. Mater.*, vol. 81, pp. 179–186, 2015.
- [54] J. M. V. Gómez-Soberón, "Porosity of recycled concrete with substitution of recycled concrete aggregate: An experimental study," *Cem. Concr. Res.*, vol. 32, no. 8, pp. 1301–1311, 2002.

- [55] J. Xiao, J. Li, and C. Zhang, "Mechanical properties of recycled aggregate concrete under uniaxial loading," *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 6, pp. 1187–1194, Jun. 2005.
- [56] V. Corinaldesi, "Mechanical and elastic behaviour of concretes made of recycled-concrete coarse aggregates," *Constr. Build. Mater.*, vol. 24, no. 9, pp. 1616–1620, 2010.
- [57] B. Mas, A. Cladera, T. Del Olmo, and F. Pitarch, "Influence of the amount of mixed recycled aggregates on the properties of concrete for non-structural use," *Constr. Build. Mater.*, vol. 27, no. 1, pp. 612–622, 2012.
- [58] W. H. Kwan, M. Ramli, K. J. Kam, and M. Z. Sulieman, "Influence of the amount of recycled coarse aggregate in concrete design and durability properties," *Constr. Build. Mater.*, vol. 26, no. 1, pp. 565–573, Jul. 2011.
- [59] M. Malešev, V. Radonjanin, and S. Marinković, "Recycled concrete as aggregate for structural concrete production," *Sustainability*, vol. 2, no. 5, pp. 1204–1225, 2010.
- [60] R. M. Salem and E. G. Burdette, "Role of Chemical and Mineral Admixtures on Physical Properties and Frost Resistance of Recycled Aggregate Concrete," *ACI Mater. J.*, vol. 95, no. 5, pp. 558–563, 1998.
- [61] S. C. Kou and C. S. Poon, "Cement & Concrete Composites Properties of self-compacting concrete prepared with coarse and fine recycled concrete aggregates," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 31, no. 9, pp. 622–627, 2009.
- [62] L. Evangelista and J. de Brito, "Mechanical behaviour of concrete made with fine recycled concrete aggregates," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 29, no. 5, pp. 397–401, May 2007.
- [63] S. C. Kou and C. S. Poon, "Properties of concrete prepared with crushed fine stone, furnace bottom ash and fine recycled aggregate as fine aggregates," *Constr. Build. Mater.*, vol. 23, no. 8, pp. 2877–2886, 2009.
- [64] J. Farran, "Contribution minéralogique à l'étude de l'adhérence entre les constituants hydratés des ciments et les matériaux enrobés," *Rev. des Matériaux Constr. des Trav. publics*, vol. 490/491, pp. 155–172, 1956.
- [65] B. D. Barnes, S. Diamond, and W. L. Dolch, "The contact zone between portland

- cement paste and glass 'aggregate' surfaces," *Cem. Concr. Res.*, vol. 8, pp. 233–244, 1978.
- [66] R. Zimbelmann, "A contribution to the problem of cement-aggregate bond," *Cem. Concr. Res.*, vol. 15, pp. 801–808, 1985.
- [67] K. L. Scrivener and P. L. Pratt, "Characterisation of interfacial microstructure," in *Interfacial Transition Zone in Concrete*, vol. 2, no. 1, J. C. Maso, Ed. E & FN SPON, 1996, pp. 3–18.
- [68] P. J. M. Monteiro, "Improvement of the Aggregate-Cement Paste Transition Zone by Grain Refinement of Hydration Products," in *8th International Congo Chem*, 1986, pp. 433–437.
- [69] A. Leemann, B. Münch, P. Gasser, and L. Holzer, "Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 8, pp. 1425–1433, Aug. 2006.
- [70] N. Otsuki, M. Asce, S. Miyazato, and W. Yodsudjai, "Influence of Recycled Aggregate on Interfacial Transition Zone , Strength , Chloride Penetration and Carbonation of Concrete," no. October, pp. 443–451, 2003.
- [71] T.-D. Nguyen, "Etude de la zone d'interphase 'granulat calcaires poreux-pâte de ciment': influence des propriétés physico-mécaniques des granulats; conséquence sur les propriétés mécaniques du mortier.," Ecole Nationale Supérieure des Mines Saint-Etienne, 2013.
- [72] A. Elsharief, M. D. Cohen, and J. Olek, "Influence of lightweight aggregate on the microstructure and durability of mortar," *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 7, pp. 1368–1376, Jul. 2005.
- [73] T. Du, W. H. Wang, H. L. Lin, Z. X. Liu, and J. Liu, "Experimental Study on Interfacial Strength of the High Performance Recycled Aggregate Concrete," *Earth Sp. 2010*, pp. 2821–2828, Mar. 2010.
- [74] Rasheeduzzafar and A. Khan, "Recycled Concrete A Source for New Aggregate," *Cem. Concr. Aggregates*, vol. 6, pp. 17–27, 1984.
- [75] J. Xiao, W. Li, Z. Sun, and S. P. Shah, "Crack Propagation in Recycled Aggregate

- Concrete under Uniaxial Compressive Loading,” *ACI Mater. J.*, vol. 109, pp. 451–462, 2013.
- [76] M. Etxeberria, E. Vazquez, and A. Mari, “Microstructure analysis of hardened recycled aggregate concrete,” *Mag. Concr. Res.*, vol. 58, no. 10, pp. 683–690, 2006.
- [77] V. W. Y. Tam, X. F. Gao, and C. M. Tam, “Microstructural analysis of recycled aggregate concrete produced from two-stage mixing approach,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 35, no. 6, pp. 1195–1203, Jun. 2005.
- [78] C. S. Poon, Z. H. Shui, and L. Lam, “Effect of microstructure of ITZ on compressive strength of concrete prepared with recycled aggregates,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 18, no. 6, pp. 461–468, Jul. 2004.
- [79] ANR EcoReb, “Ecoconstruction par le Recyclage du Béton,” <http://ecoreb.fr/>.
- [80] P. E. Stutzman and J. R. Clifton, “Specimen Preparation for Scanning Electron Microscopy,” in *Proceedings of the Twenty- First International Conference on Cement Microscopy*, 1999, pp. 10–22.
- [81] S. Hemavibool, “The microstructure of synthetic aggregate produced from waste materials and its influence on the properties of concrete,” University of Leeds, 2007.
- [82] J. Zhang and G. W. Scherer, “Comparison of methods for arresting hydration of cement,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 41, no. 10, pp. 1024–1036, Oct. 2011.
- [83] K. O. Kjellsen, A. Monsøy, K. Isachsen, and R. J. Detwiler, “Preparation of flat-polished specimens for SEM-backscattered electron imaging and X-ray microanalysis—importance of epoxy impregnation,” *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, no. 4, pp. 611–616, Apr. 2003.
- [84] D. P. Bentz and P. E. Stutzman, “SEM analysis and computer modelling of hydration of portland cement particles,” *Petrogr. Cem. Mater. ASTM STP 1215.*, 1994.
- [85] M. Mellas, B. Mezghiche, and J. E. Ash, “Estimation of the porosity of Portland cement pastes using backscattered electron image,” *Courr. du savoir*, no. 4, pp. 47–51, 2003.
- [86] V. S. Ramachandran and J. J. Beaudoin, *Handbook of Analytical Techniques in Concrete Science and Technology*. Norwich, New York, USA: William andrew publishing/Noyes Publications, 2001.

- [87] G. Le Saoût, V. Kocaba, and K. Scrivener, "Application of the Rietveld method to the analysis of anhydrous cement," *Cem. Concr. Res.*, vol. 41, no. 2, pp. 133–148, 2011.
- [88] Recybéton, "Projet national Recybéton," <http://www.pnrecybeton.fr/>, 2012. .
- [89] D. Kulik, U. R. Berner, and E. Curti, "Modeling chemical equilibrium partitioning with the GEMS-PSI code," *PSI Sci. Rep. 2003 / Vol. IV, Nucl. Energy Saf.*, vol. IV, no. March, pp. 109–122, 2004.
- [90] D. Kulik, "GEMS-PSI 3." version 3 disponible sous <http://gems.web.psi.ch/>, PSI-Villigen, Switzerland, 2011.
- [91] EN 196-1, "Methods of testing cement - Part 1: Determination of strength.," *European Committee for Standardization*. 2006.
- [92] A. Schwartzenruber and C. Catherine, "La méthode du mortier de béton équivalent (MBE) - Un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés," *Mater. Struct.*, vol. 33, pp. 475–482, 2000.
- [93] C. Laneyrie, "Valorisation des déchets de chantier du BTP : comportement à haute température des bétons de granulats recyclés," Université de Cergy Pontoise, 2014.
- [94] F. De Larrard, *Structures granulaires et formulation des bétons*. Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, 1999.
- [95] F. De Larrard and A. Belloc, "The Influence of Aggregate on the Compressive Strength of Normal- and High-Strength Concrete," *ACI Mater. J.*, vol. 94, no. 5, 1997.
- [96] T. Le, S. Rémond, G. Le Saout, and E. Garcia-Diaz, "Comportement à l'état frais des mortiers à base de sable recyclé - influence de l'état de saturation," in *Nouveaux Matériaux et Durabilité (NoMad)*, 2015.
- [97] T. Le, S. Rémond, G. Le Saout, and E. Garcia-Diaz, "Fresh behavior of mortar based on recycled sand – influence of moisture condition," *Constr. Build. Mater.*, vol. 106, pp. 35–42, 2016.
- [98] Y. Ke, S. Ortola, A. L. Beaucour, and H. Dumontet, "Identification of microstructural characteristics in lightweight aggregate concretes by micromechanical modelling including the interfacial transition zone (ITZ)," *Cem. Concr. Res.*, vol. 40, no. 11, pp. 1590–1600, Nov. 2010.

- [99] E. J. Garboczi and D. P. Bentz, "Modelling of the microstructure and transport properties of concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 10, no. 5, pp. 293–300, 1996.
- [100] D. N. Winslow, M. D. Cohen, D. P. Bentz, K. A. Snyder, and E. J. Garboczi, "Percolation and pore structure in mortars and concrete," *Cem. Concr. Res.*, vol. 24, pp. 25–37, 1994.
- [101] K. L. Scrivener, A. K. Crumbie, and P. Laugesen, "The Interfacial Transition Zone (ITZ) Between Cement Paste and Aggregate," *interface Sci.*, no. 12, pp. 411–421, 2004.
- [102] A. R. Brough and A. Atkinson, "Automated identification of the aggregate–paste interfacial transition zone in mortars of silica sand with Portland or alkali-activated slag cement paste," *Cem. Concr. Res.*, vol. 30, no. 6, pp. 849–854, Jun. 2000.
- [103] H. S. Wong, M. K. Head, and N. R. Buenfeld, "Pore segmentation of cement-based materials from backscattered electron images," *Cem. Concr. Res.*, vol. 36, no. 6, pp. 1083–1090, Jun. 2006.
- [104] S. Diamond, "Considerations in image analysis as applied to investigations of the ITZ in concrete," *Cem. Concr. Compos.*, vol. 23, no. 2–3, pp. 171–178, Apr. 2001.
- [105] L. Basheer, P. A. M. Basheer, and A. E. Long, "Influence of coarse aggregate on the permeation, durability and the microstructure characteristics of ordinary Portland cement concrete," *Constr. Build. Mater.*, vol. 19, no. 9, pp. 682–690, Nov. 2005.
- [106] A. Elsharief, M. D. Cohen, and J. Olek, "Influence of aggregate size, water cement ratio and age on the microstructure of the interfacial transition zone," *Cem. Concr. Res.*, vol. 33, no. 11, pp. 1837–1849, Nov. 2003.
- [107] J. P. Ollivier, J. C. Maso, and B. Bourdette, "Interfacial Transition Zone in Concrete," *Advanced Cem. Based*, vol. 2, no. 1, pp. 30–38, 1995.
- [108] G. Saporta, *Probabilités, analyse de données et statistique*, TECHNIP. 1990.
- [109] T. Le, G. Le Saout, E. Garcia-Diaz, and S. Rémond, "Influence of the moisture condition of recycled concrete aggregates on the interfacial transition zone (ITZ) and the compressive strength of mortar," in *Conférence Internationale de Géotechnique des Ouvrages et Structures*, 2015.
- [110] T. Le, G. Le Saout, E. Garcia-Diaz, and S. Rémond, "Characterization of the interface

between aggregate and cement paste of mortar based on recycled aggregate by scanning electron microscopy,” in *the 15th Euroseminar on Microscopy Applied to building Materials*, 2015.

- [111] O. Maciejak and P. Aubert, “Mesure de dureté par nano-indentation,” *Tech. l’Ingénieur*, no. 0, pp. 0–12, 2007.
- [112] J. A. Mendoza Delgado, “Détermination des propriétés mécaniques et des lois de comportement en fluage par indentation instrumentée,” Université des sciences et technologies de Lille, 2009.
- [113] O. Şahin, O. Uzun, U. Kölemen, and N. Uçar, “Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique,” *Mater. Charact.*, vol. 59, no. 6, pp. 729–736, 2008.
- [114] W. C. Oliver and G. M. Pharr, “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, 1992.

Annexe1 : Ciment CEM II/A-L 42,5 N CE CP2 NF



FICHE TECHNIQUE Fabriqué à ROCHEFORT

Mise à jour du 27/02/2012

Ciment Portland au calcaire

NF EN 197-1/A1	CEM II/A-L 42,5 N N° de certificat : 0333-CPD-4304	01/06/2001
CE+NF	CEM II/A-L 42,5 N CE CP2 NF	27/01/1997
NF P15-318	Ciments à teneur en sulfures limitée pour béton précontraint	CP2

Disponibilités : Vrac

COMPOSITION DÉCLARÉE (en %)

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

RESISTANCES A LA COMPRESSION (en MPa)

1 jour 2 jours **29** 7 jours 28 jours **53**

CARACTÉRISATION PHYSIQUE

Sur poudre	Sur pâte pure	Sur mortier
Masse volumique (en g/cm ³) 3,09	Besoin en eau (en %)	27,9
Surface massique (en cm ² /g) 3700	Stabilité (en mm)	1,1
Indice de clarté 59,6	Début de prise (en min)	150
		Chal. hydr. 41h (en J/g)

CARACTÉRISATION CHIMIQUE

PAF	INS	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	S ⁻	Cl ⁻	CO ₂	CaO _{liber}	Na ₂ O éq actif
5,1	1,0	18,7	4,9	3,7	62,0	1,3	2,7	0,68	0,17	0,05	0,04	4,7	1,5	0,59

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



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

Figure 85 : Fiche technique du ciment CEM II/A-L 42.5N

Les traitement du ciment avec la solution acide salicylique/méthanol (SAM) et le sucre (solution de KOH), selon Stutzman & Stefan [19], peuvent améliorer les limites de détection pour l'identification et les mesures quantitatives, particulièrement pour l'analyse Rietveld.

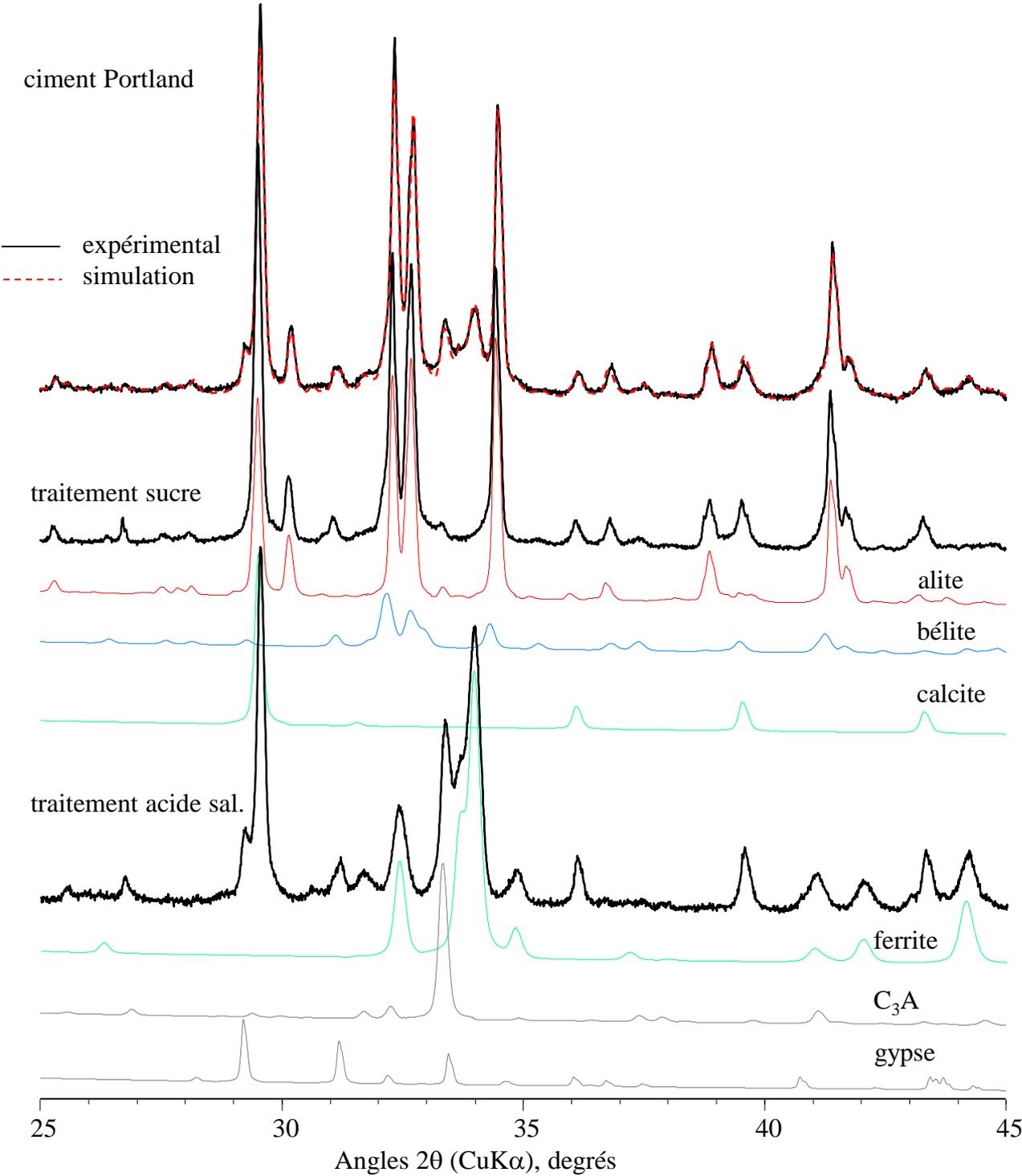


Figure 86 : Diffractogrammes du ciment Portland CEM II/A-L 42,5N

La Figure 86 présente différents diffractogrammes sur le ciment brut et sur le ciment ayant subi des attaques au sucre et à l'acide salicylique. Un traitement au sucre dissout les phases aluminates et ferrite, ne laissant que les 3 phases Alite, Belite et Calcite [19]. En revanche, un traitement à l'acide salicylique dissout les phases silicates et aluminates, il ne reste alors que les phases Ferrite, C₃A et le gypse dans le ciment [19] et la calcite.

Un traitement avec la solution d'acide salicylique/méthanol (SAM) et d'acide nitrique/méthanol (NAM) selon le protocole décrit par Stutzman & Stefan [19] a été réalisé. Les résultats sont présentés dans le Tableau 29.

Tableau 29 : Résultats de dissolution du ciment CEM II/A-L dans les solutions NAM et SAM

Nom échantillon		% dissolution	% résidu
		(% en masse)	(% en masse)
Solution NAM	Poudre Ciment CEM II/A-L	91.5%	8.5%
Solution SAM	Poudre Ciment CEM II/A-L	67.4%	32.6%

La quantification de phases silicatées par la méthode de traitement à l'acide salicylique nous donne une teneur de 67.4 % (en masse) de phases silicatées.

La comparaison des analyse de Rietveld avec les résultats de dissolution à l'acide salicylique montre que c'est bien la dissolution de l'alite et de la belite qui est responsable de la perte de masse lors de l'essai de dissolution de ciment CEM II/A-L.

La composition de Bogue inverse effectuée sur l'analyse Rietveld présente également un très bon accord avec l'analyse élémentaire fournie par la fiche technique (Figure 85). Dans cette analyse, on obtient 66.3% (en masse) des phases silicatées.

Annexe2 : Super-plastifiant MC-Powerflow 3140



MC-PowerFlow 3140

Conforme NF EN
934.1/2

Superplastifiant/haut réducteur d'eau très performant reposant sur la dernière technologie polymérique

Propriétés du produit

- Réduction d'eau importante.
- Faible dosage.
- Très bon maintien de la rhéologie.
- Dispersion rapide dans le béton.
- Faible cohésion.
- Bonne stabilité des bétons autoplaçants et autonivelants.
- Bonne compatibilité avec les entâineurs d'air.
- Ne contient pas de chlorures.

Domaines d'application

- Béton prêt à l'emploi.
- Adapté pour l'association avec les ciments composites.
- Bétons très fluides.
- Béton autoplaçant (BAP)

Indications de mise en œuvre

Consignes d'utilisation

MC-PowerFlow 3140 est un superplastifiant synthétique qui repose sur la dernière technologie MC des polycarboxylatether (PCE).

Le mécanisme actif particulier permet la fabrication de bétons à faible teneur en eau avec des qualités de mise en oeuvre excellentes. Les caractéristiques visées du béton frais sont généralement obtenues avec de faibles dosages

MC-PowerFlow 3140 se mélange rapidement et de manière homogène dans le béton et développe son effet fluidifiant. Ainsi, les cadances de productions rapides sont assurées.

MC-PowerFlow 3140 est conçu pour obtenir de longs maintiens de rhéologie. Les pertes de consistance souvent constatées avec les superplastifiants conventionnels peuvent être

réduites de manière considérable dans la plupart des cas. Une correction ultérieure de la consistance par un ajout de fluidifiant sur le chantier n'est plus nécessaire dans la majorité des cas.

Généralement, même si le maintien de la rhéologie est important, les temps de prise et de développement des résistances mécaniques sont normaux. Dans les cas isolés, un léger effet retardateur peut se produire en fonction du dosage et de la température.

La combinaison particulière des matières actives permet la fabrication de bétons stables sans risque de ségrégation sur toute la plage de consistance.



MC Chimie SARL . Z.I. mi-plaine . 29/31, rue des Frères Lumière . F-69740 Genas
Tel. +33-4-78 90 24 36 . Fax: +33-4-78 90 11 99 . www.mc-chimie.fr



MC-Powerflow 3140 peut être combiné dans le béton avec beaucoup d'autres adjuvants MC. Pour les cas particuliers, veuillez contacter nos conseillers spécialisés dans la technologie du béton.

L'ajout de MC-PowerFlow 3140 au béton est effectué pendant le mélange. La meilleure efficacité est obtenue lors du dosage après l'ajout d'eau. Cependant le dosage dans l'eau de gâchage est également possible. Nous recommandons de choisir

la durée du mélange de manière à ce que l'adjuvant puisse pleinement produire son effet fluidifiant pendant l'opération de mélange.

Dans le cas d'un dosage sur le chantier en citerne, il convient de respecter la norme en vigueur.

Veuillez respecter les "Consignes générales d'application d'adjuvants pour béton".

Propriétés techniques du MC-Powerflow 3140

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

Caractéristiques produit du MC-Powerflow 3140

Type d'adjuvant	Superplastifiant/haut réducteur d'eau: EN 934-2 T3.1/3.2
Désignation (appellation) de l'adjuvant	MC-Powerflow 3140
Couleur	Marron
Forme	Liquide
Certificat de conformité	DIN EN ISO 9001 / DIN EN 934-1/2/6 0754-CPD-02-1065.2
Organisme homologué	MPA, Karlsruhe
Contrôle de la production en usine selon DIN EN ISO 9001 / DIN EN 934-1/2/6	
Forme de la livraison	Fûts de 200 Kg Container de 1000 Kg

Annotation : Les informations données dans la présente fiche technique sont basées sur notre expérience en toute bonne foi, mais sans engagement. Elles sont à adapter aux ouvrages respectifs, aux objectifs d'utilisation et aux exigences locales spécifiques. Dans ces conditions, nous garantissons l'exactitude de ces informations dans le cadre de nos conditions de vente et de livraison. Toute recommandation faite par nos collaborateurs et s'écartant des informations contenues dans nos fiches techniques sera valable uniquement à condition d'avoir été confirmée par écrit. De manière générale, les règles de l'art officiellement reconnues sont applicables.

Edition 09/09. Le présent imprimé a été révisé sur le plan technique. Les versions publiées antérieurement ne sont plus valables et ne doivent plus être utilisées. Toute nouvelle révision technique annule et remplace la précédente version.



MC Chimie SARL . Z.I. mi-plaine . 29/31, rue des Frères Lumière . F-69740 Genas
Tel. +33-4-78 90 24 36 . Fax: +33-4-78 90 11 99 . www.mc-chimie.fr

Figure 87 : Fiche technique du super-plastifiant MC-Powerflow 3140

Annexe 3 : Essais préliminaires d'étude de l'influence de l'état de saturation initial sur la maniabilité des mortiers

Cette étude concerne l'influence la teneur en eau de pré-saturation sur la maniabilité des mortiers à base de sable recyclé SR₂. La composition des mortiers de cette série est présentée dans le Tableau 30. Dans cette série, la seule différence entre les mortiers est la quantité d'eau pré-saturée. La teneur en eau de pré-saturation du sable est variée progressivement de 0% à 20%.

Tableau 30 : Composition des mortiers

Nomination	Ciment (g)	Sable à l'état sec (g)	E_{eff}/C	Eau d'absorption (g)	Eau de pré saturation (%)	Temps de pré-saturation
SR ₂ -0.75-0%	450	1155	0.75	115.5	0	-
SR ₂ -0.75-1w6%	450	1155*	0.75	115.5	69.3	1 semaine
SR ₂ -0.75-1w8%	450	1155*	0.75	115.5	92.4	1 semaine
SR ₂ -0.75-1w10%	450	1155*	0.75	115.5	115.5	1 semaine
SR ₂ -0.75-1w12%	450	1155*	0.75	115.5	138.6	1 semaine
SR ₂ -0.75-1w20%	450	1155*	0.75	115.5	231.0	1 semaine

*:pré-saturation dans le bidon pendant 1 semaine avant la fabrication.

Les résultats de mesure d'affaissement des mortiers à base de sable recyclé SR₂ en fonction du temps sont présentés dans la Figure 88. Il est observé que l'affaissement des mortiers a tendance à diminuer quand on augmente la teneur en eau de pré saturation. La Figure 89 montre l'affaissement des mortiers à T_{0+5} (première mesure d'affaissement). Une chute importante de l'affaissement à T_{0+5} est observée quand on augmente la teneur en eau de pré-saturation. En plus, ces résultats confirment ceux qui sont présentés dans le chapitre III (Figure 57) pour les mortiers contenant du sable recyclé SR₁.

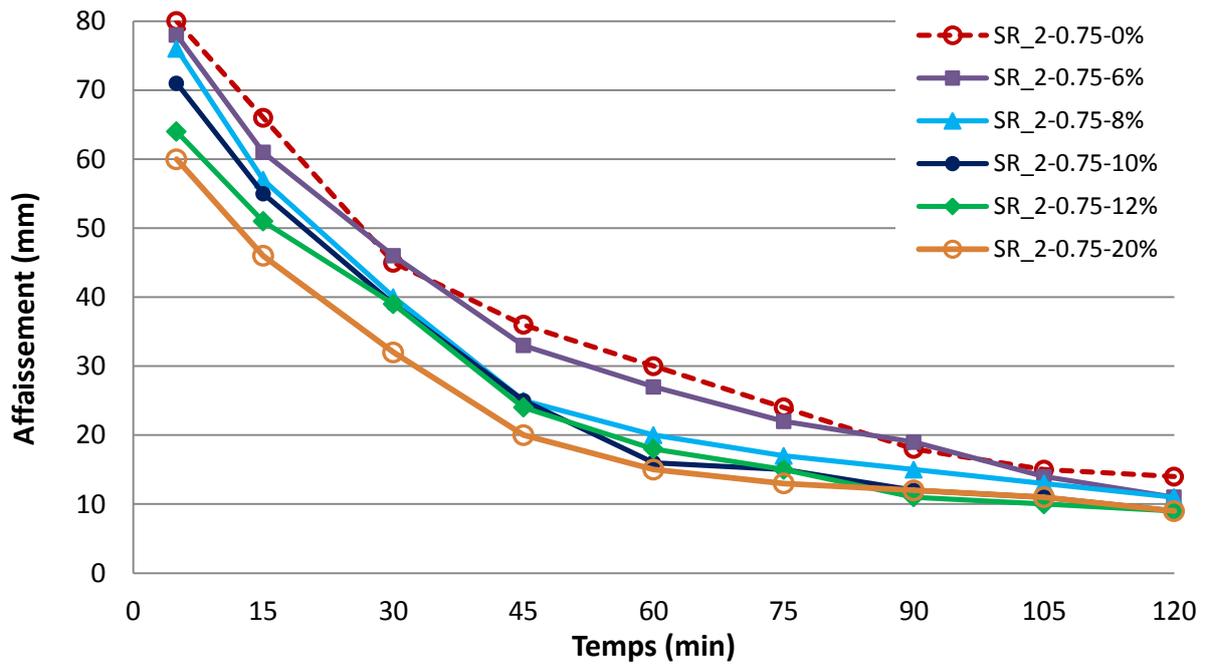


Figure 88 : Résultats de mesure d'affaissement des mortiers de SR_2

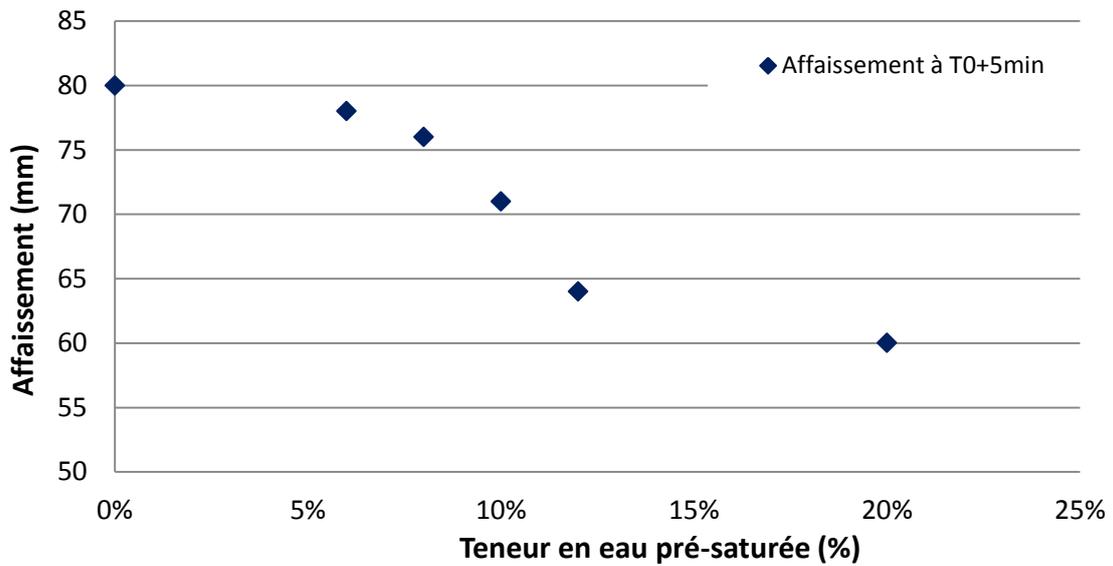


Figure 89 : Affaissement des mortiers de SR_2 à T₀+5min

Annexe 4 : Vérification de l'influence de l'état de saturation initial sur la maniabilité du mortier contenant du SR_1

Pour valider les mesures expérimentales présentées dans le chapitre 2, les essais précédents ont été répétés dans le cadre d'un projet d'élèves de 2^{ème} année du département GCE de l'Ecole des Mines de Douai.

Cette nouvelle campagne expérimentale a été réalisée sur un autre prélèvement de sable recyclé. La granulométrie de ce prélèvement est comparée à celle du sable SR_1 précédent sur la Figure 90. La composition du mortier est la même que celle du mortier précédent (chapitre III:III-3.3). La teneur en eau de pré-saturation varie ici de W=10%; 12%; 14%; 16%; 18% et 20% avec un temps de pré-saturation de 1 et 2 semaines. Le mode de pré-saturation du sable suit la procédure décrit à III-2.1.

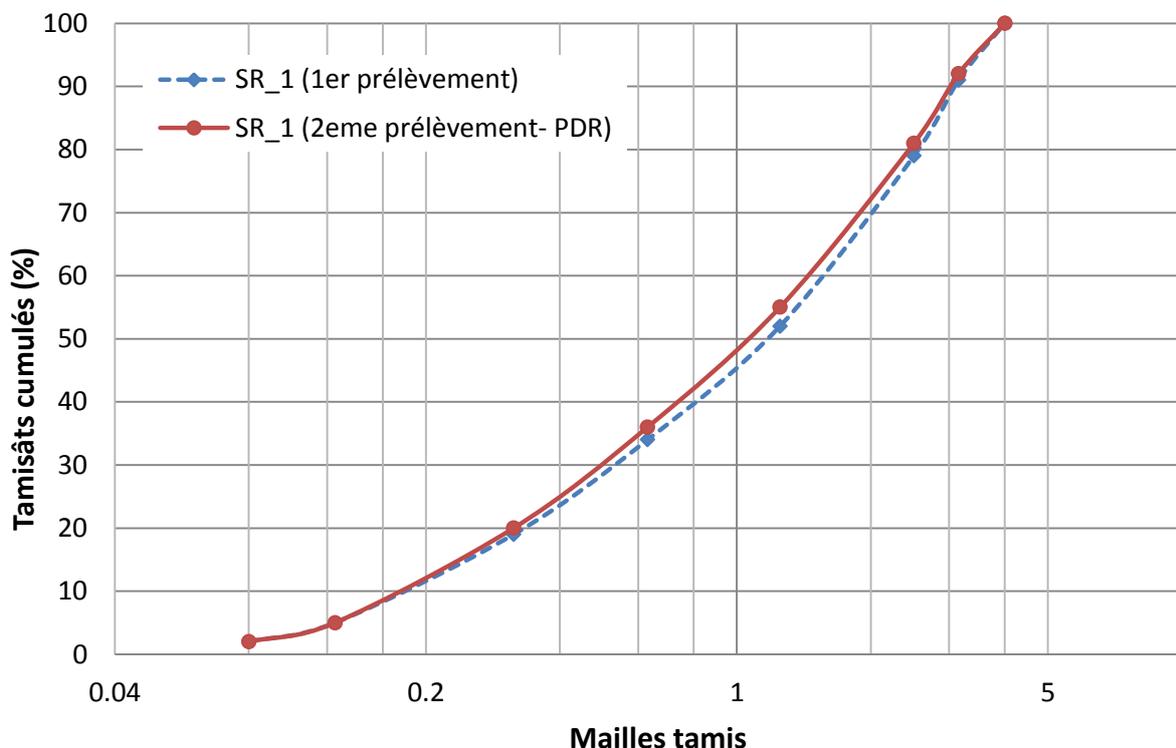


Figure 90 : Granulométrie du sable recyclé SR_1 à 2 prélèvements différents

Les résultats de mesures d'étalement et de la masse résiduelle dans le bidon sont présentés dans la Figure 91. Il est observé que les courbes d'étalement des mortiers

fabriqués avec le sable pré-saturé pendant 1 semaine ou 2 semaines sont presque superposées. La quantité d'eau absorbée par les granulats pendant 1 semaine ou 2 semaines de pré-saturation est donc la même pour chaque teneur en eau.

Il est constaté également qu'un palier d'étalement à $W=14\%$ a été trouvé. C'est le même palier que dans l'étude précédente (chapitre III). A partir de $W=14\%$, on atteint une quantité d'eau disponible dans la pâte de ciment identique, l'étalement est donc constant. Ce résultat confirme le résultat obtenu dans le chapitre III. Cependant, dans cette étude, le deuxième palier à partir de $W=18\%$, comme dans le chapitre III, n'est pas observé.

Dans la Figure 91, il est observé également que la masse résiduelle du bidon reste toujours quasi nulle à $W=10\%$. Cette masse augmente légèrement lorsque la teneur en eau de pré-saturation augmente.

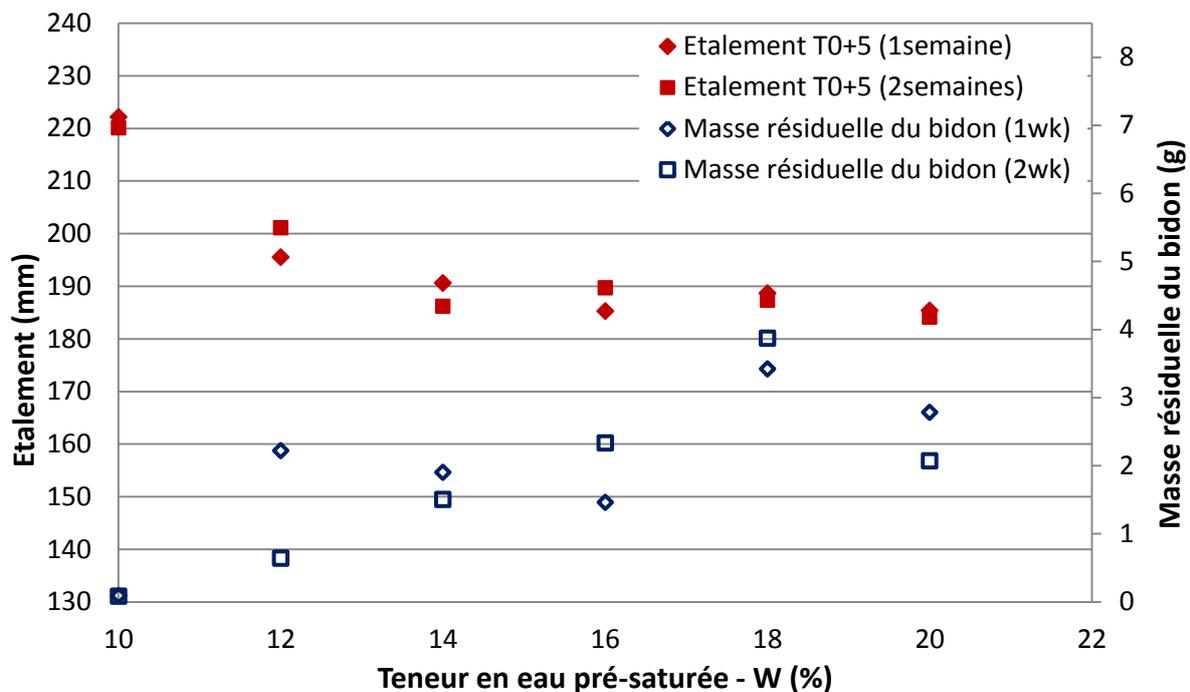


Figure 91 : Étalement à T_{0+5} et masse résiduelle du bidon de pré-saturation (Projet PDR)

Annexe 5 : Absorption d'eau du SR_1

L'évaluation de l'absorption d'eau en utilisant le mode de pré-saturation en bidon a été réalisée également en utilisant la méthode d'extrapolation. Cette fois-ci, la teneur en eau de pré-saturation était de W=16% et le temps de pré-saturation est de 1 semaine. Les résultats sont présentés dans la Tableau 31. Ces résultats sont très proches à ce qu'on a présenté dans le chapitre III pour une pré-saturation à W=12% pendant 2 semaines.

Tableau 31 : Absorption d'eau du SR_1 obtenu par la méthode d'extrapolation en utilisant le mode de pré-saturation en bidon avec W=16% pendant 1 semaine

Fraction granulaire (mm)	2.5/4	1.6/2.5	0.8/1.6	0.5/0.8	0/0.5	WA du SR_1 0/4 mm (%)
Proportion des fractions SR_1 (%)	20	18	20	12	30	
Perte de masse ML_105-475 (%)	2.30	2.50	2.69	2.73	2.96	
WA (%) W=16% (EN 1097-6) 1 semaine	7.2	8.5	9.2	9.5	10.6	9.1
WA (%) (IFSTTAR N78)	7.8	8.6	9.7	9.8	10.9	9.5
				<i>Valeur WA extrapolée</i>	<i>Valeur WA extrapolée</i>	<i>Valeur WA calculée</i>

Annexe 6 : Détermination d'histogramme de l'ITZ

```
% initialisation
%clear all
clearvars-exceptres
closeall

➤ Tracer l'interface

% lecture de l'image N.jpg (image img)

for N=1:n; %charger les images de 1 à n
fich = [' num2str(N) '.jpg'];
img = single(imread(fich)); % image de base

% supprime la légende
label = 0;
img = img(1:end-label,:); % enlève la barre du bas
[t1, t2]= size (img); % nombre de lignes et colonnes

% dessiner l'interface (image G)
figure(1)
imagesc(img)
colormapgray
axisimage
title('draw the interface')

M = imfreehand(gca, 'Closed', 0);
F = false(size(M.createMask));
P0 =M.getPosition;
D =round([0; cumsum(sum(abs(diff(P0)),2))]); % distance entre les points
P = interp1(D,P0,D(1):.5:D(end)); % remplir les trous
P = unique(round(P), 'rows');
S = sub2ind(size(img), P(:,2), P(:,1));
F(S)= true;
F = single(F);
G = F*255;
fn = [num2str(N), '.tif']; % sauvegarder la matrice G en file .tif
```

```

imwrite(G,fn,'tif','Compression','none');
➤ Détermination l'histogramme de l'ITZ
% données à entrer
Eps      = 70;                % épaisseur choisie totale en µm
f        = 100/564;          % facteur de conversion pour avoir des microns

% décaler l'interface de Eps pour créer la bande
E        = round(Eps/f);     % épaisseur calculée de bande en pixel
Ereelle  = E/f;              % épaisseur calculée de bande en µm

imgB = F;

for i = 1:t1
    for j = 1:(t2-1)
        if F(i,j) == 1
            for n = 1:E
                imgB(i,j+n) = 1;
            end
        end
    end
end

% image sous la bande
img2 = immultiply(img,imgB) ;

% redimensionne l'image et calcule l'histogramme
img3 = reshape(img2,1,t1*t2);
Y = histc(single(img3),0:1:255); % histogramme
res(:,N) = Y;

% exporte le fichier résultat res
resp = res;
fm = ['histo.xlsx'];          % save matrix res as a .xls file
xlswrite(fm,resp);

```

Annexe 7 : Segmentation des phases par seuillage

```
% programme qui calcule les proportions de minéraux à droite de  
l'interface
```

```
clearall
```

```
closeall
```

➤ Initialisation

```
disp('Debut ...')
```

```
seuil = xlsread('seuil.xlsx'); % donnée des seuils de l'histogramme
```

➤ Génération du nom des fichiers

```
N=1; % N.jpg :image de base
```

```
fich = [' num2str(N) '.jpg'];
```

```
disp(['Analyse du fichier : ' fich ' en cours ...']);
```

```
fichi = [' num2str(N) '.tif']; % N.tif :image de calque
```

➤ Chargement des images : base et calque

```
img = single(imread(fich)); % image de base
```

```
img = (img ==0) + img; % pour prendre en compte la porosité noire de  
l'image de base (l'intensité 0 devient 1)
```

```
imgm = imread(fichi); % image masque bleu
```

```
imgm = imgm(:,:,1);
```

```
res = zeros(4,1); % Matrice des résultat
```

➤ Suppression de la légende (bande des paramètres de l'image)

```
img = img(1:end-58,:); % enlève la bar du bas
imgm = imgm(1:end-58,:); % enlève la bar du bas
```

```
t1 = size(img,1); % lignes
t2 = size(img,2); % colonnes
```

➤ Grossissement de l'interphase d'une épaisseur E (en μm)

```
f = 100/564; % facteur de conversion pour avoir des microns
ep = 10; % Choisir l'épaisseur d'une bande de l'ITZ en  $\mu\text{m}$ 
E = round(ep/f); % Epaisseur d'une bande de l'ITZ en pixel
Ereelle=E/f; % Epaisseur réelle d'une bande de l'ITZ en  $\mu\text{m}$  (E= 5.067  $\mu\text{m}$ )
imgm0 = imgm;
imgm1 = imgm;
for n = 1:E
    for i = 1:t1
        for j = 1:(t2-1)
            if imgm0(i,j) == 255
                imgm1(i,j+1) = 255;
            end
        end
    end
end
imgm0 = imgm1;
end
```

➤ Décalage de la bande d'épaisseur E jusqu'à la fin de la zone d'interphase

```
%%% DECALAGE DU MASQUE de D

Eps = 70; % choisir l'épaisseur de l'interface en  $\mu\text{m}$ 

for D = 1:E:(Eps/f) % Epaisseur de la zone d'interphase Eps/f (pixel)

    imgm2 = zeros(size(imgm1,1),size(imgm1,2)+D);
    imgm2(:,end-1023:end) = imgm1;
    imgm2 = imgm2(:,1:1024); % masque décalé

    %%% MASQUAGE

    img2 = img .* (imgm2 ==255) ; %prend l'image sous le masque et met des
                                zeros partout ailleurs
```

```

nbzeros = sum(sum(img2 == 0)); %nombre des zéros de l'image de masque img2

%%% INITIALISATION DES PHASES

s1 = seuil(N,1);      % Seuil des pores de l'image de base 'N.jpg'
s2 = seuil(N,2);      %Seuil des anhydres de l'image de base 'N.jpg'
ph1 = [2 s1];        %Pores
ph2 = [s1+1 s2];     %Produits hydratés
ph3 = [s2+1 256];   % Anhydres

% redim et histogramme

img1 = reshape(img2,1,t1*t2);
Y = histc(single(img1),0:1:255); % histogramme de la ROI

➤ Calcul des proportions des phases de l'ITZ

total = (t1*t2)-nbzeros;          % surface de la ROI
pph1 = sum(Y(ph1(1):ph1(2)))/total; % surface des pores dans la ROI
pph2 = sum(Y(ph2(1):ph2(2)))/total; % surface des produites hydratés
                                     dans la ROI
pph3 = sum(Y(ph3(1):ph3(2)))/total; % surface des anhydres dans la ROI

➤ Calcul des proportions des phases de l'ITZ

%%% IMAGES DES PHASES

imgph1 = img2 >= ph1(1) & img2 < ph1(2); %image de la phase 1 : Pores
imgph2 = img2 >= ph2(1) & img2 < ph2(2); %image de la phase 2 : produits
                                     hydratés
imgph3 = img2 >= ph3(1) & img2 < ph3(2); %image de la phase 3 : Anhydres

%%% ENREGISTRE LES RESULTATS LOCAUX

lesres = [D pph1 pph2 pph3]';
res = [reslesres];

%%% ENREGISTRE LES RESULTATS GENERAUX

resg = res;
end

imgm3 = imgm;
imgm4 = imgm;

%%% AFFICHE DE LA ZONE POUR L'HISTOGRAMME

Epz = 70; %Epaisseur de la zone en µm

```

```

for n = 1:(round(Epz/f))
    for i = 1:t1
        for j = 1:t2
            if imgm3(i,j) == 255
                imgm4(i,j+1) = 255;
            end
        end
    end
end

    imgm3 = imgm4;
end

img3 = img .* (imgm3==255) ;

disp('Analyse terminée !')

%%% IMAGES DES PHASES GENERALES

imgph1g = img3 >= ph1(1) & img3 < ph1(2);% image de la phase 1 de toute
l'image
imgph2g = img3 >= ph2(1) & img3 < ph2(2);% image de la phase 2 de toute
l'image
imgph3g = img3 >= ph3(1) & img3 < ph3(2);% image de la phase 3 de toute
l'image

%%% FIGURE DE CONTROL
figure(2)

subplot(2,2,1) % image de l'interphase
imagesc(img3)
colormapgray
axisimage
title('image de l''interphase')

subplot(2,2,2)
imagesc(imgph1g) %Phase 1 (PORES)
axisimage
title('Phase 1 (PORES)')

subplot(2,2,3)
imagesc(imgph2g)%Phase 2 (Produits hydratés)
axisimage
title('Phase 2 (Produits hydratés)')

```

```

subplot(2,2,4)
imagesc(imgph3g)%Phase 3 (ANHYDRES)
axisimage
title('Phase 4 (ANHYDRES)')

%%% FIGURE DE TOUTES LES PROPORTIONS

X = resg(1,2:end)*f; %conversion pour avoir des microns
figure(3)
subplot(3,1,1)

plot(X+E/2*f, resg(2:5:end,2:end)*100, '-* r')
xlim([0 70])
xlabel('Distance de l''interface (µm)')
ylabel('PORES > 0,267 µm(%)')

subplot(3,1,2)
plot(X+E/2*f, resg(3:5:end,2:end)*100, '-* g')
xlim([0 70])
xlabel('Distance de l''interface (µm)')
ylabel('Produits hydrates(%)')

subplot(3,1,3)
plot(X+E/2*f, resg(4:5:end,2:end)*100, '-* black')
xlim([0 70])
xlabel('Distance de l''interface (µm)')
ylabel('ANHYDRES(%)')

```


Annexe 8 : Essai d'indentation sous MEB

Le profil de l'indenteur Berkovich et les paramètres géométriques de l'indenteur Berkovich modifiée sont présentés dans la Figure 92 et Tableau 32.

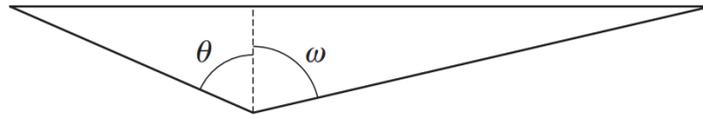


Figure 92 Profil d'un indenteur Berkovich [111]

Tableau 32 : Paramètres géométriques du contact pour l'indenteur Berkovich modifiée

	θ	ω	Aire de contact réelle (Ar)	Aire de contact projetée (Ap)	Ar/Ap	Demi-angle de cône équivalent	Volume	Taille de l'empreinte
Berkovich modifiée	65.27°	77.03°	$\sim 26.968.h^2$	$\sim 24.494.h^2$	1.101	$\sim 70.30^\circ$	$\sim 8.165.h^3$	$\sim 7.52.h$

h : enfoncement de l'indenteur dans le matériau

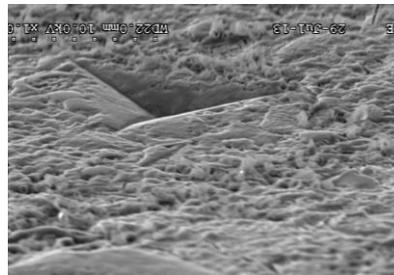
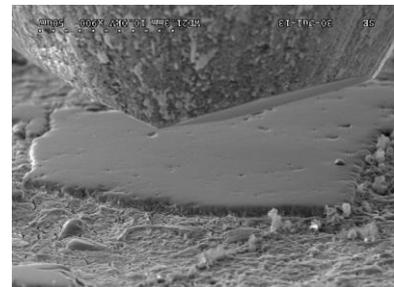
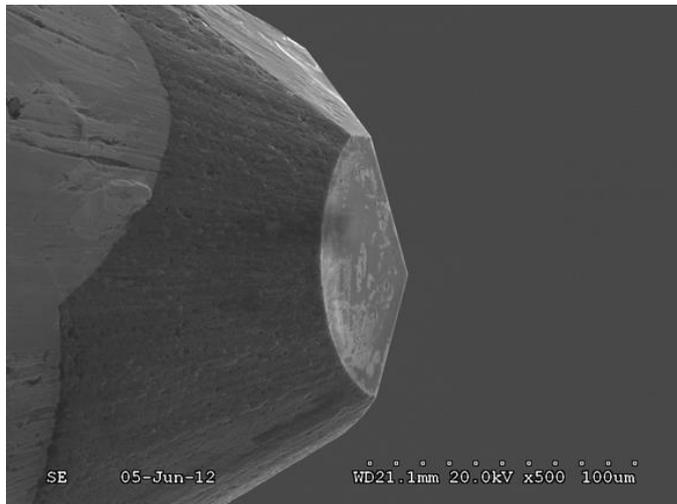


Figure 93 : Images de l'indenteur et de l'empreinte observée sous le MEB

Avec le dispositif utilisé, l'analyse des données est un peu différente du procédé conventionnel de détermination de la dureté, l'indentation instrumentée permet en effet d'éviter l'observation de l'empreinte résiduelle après indentation. Dans un essai d'indentation

instrumentée, l'indenteur est enfoncé à la surface de l'échantillon jusqu'à la valeur de charge maximale donnée ou jusqu'à la profondeur donnée. Dans notre cas, la valeur maximale de la charge a été donnée. La charge et le déplacement de l'indenteur sont enregistrés simultanément comme dans la Figure 94. Dans cette figure, h_{max} , h_f , h_R et h_c sont respectivement la profondeur maximale atteinte, la profondeur résiduelle après retrait complet de l'indenteur, la profondeur résiduelle obtenue par la pente de la courbe au déchargement (h_c pour $\epsilon=1$) et la profondeur de contact [112]. Les différentes profondeurs de pénétration sont également illustrées dans la Figure 96.

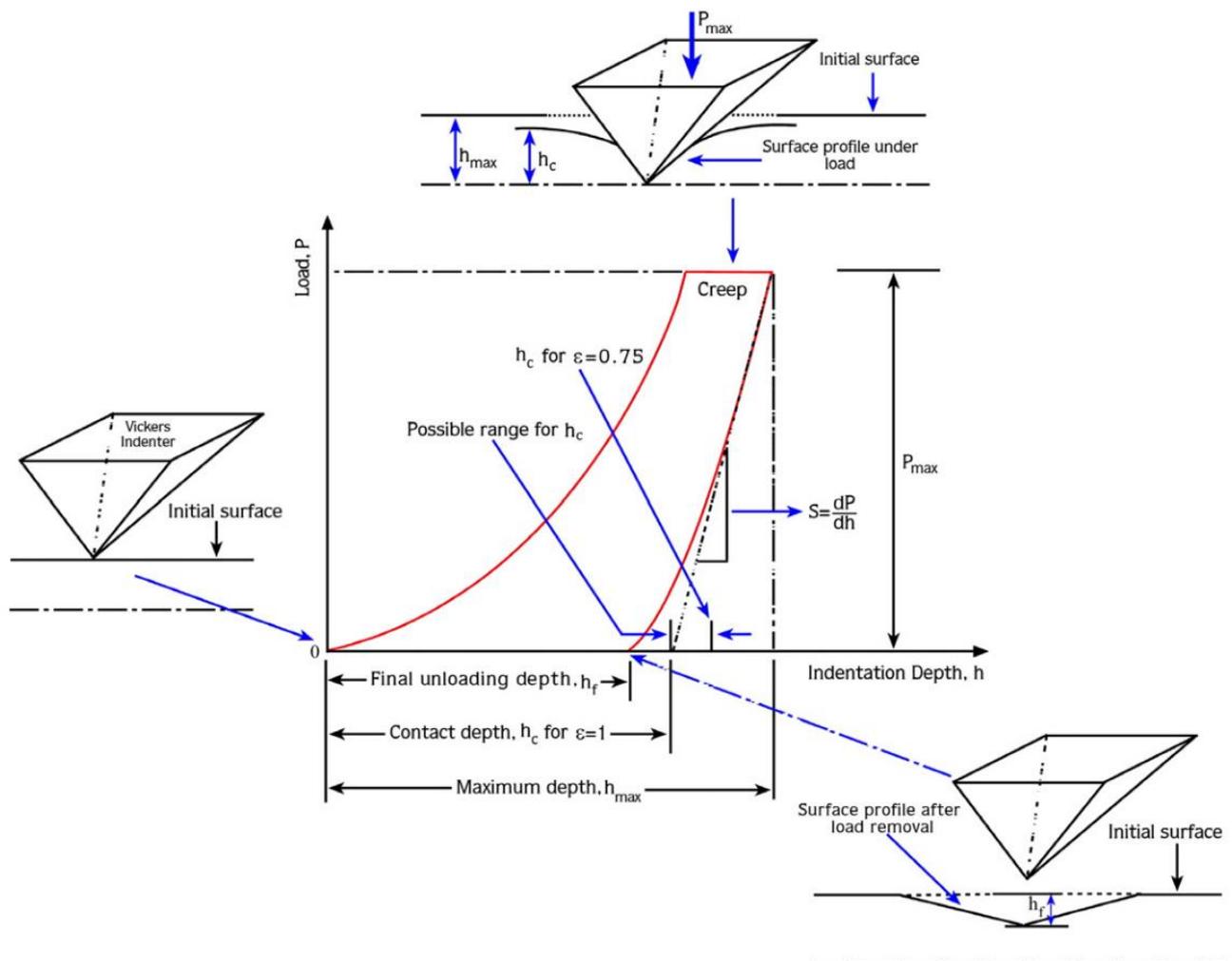


Figure 94 : Schéma représentatif d'une courbe de charge-décharge en fonction du déplacement [113]

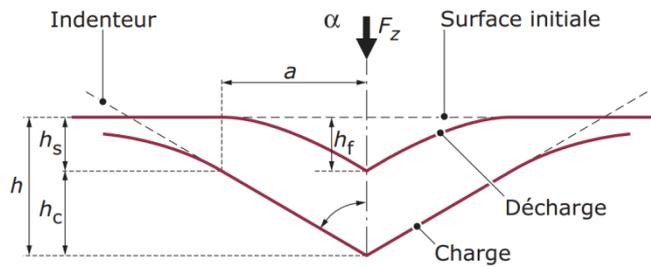


Figure 95 : Schéma explicatif du processus de charge-décharge lors d'un essai de nano-indentation [111]

La profondeur h_c est utilisée dans le calcul de la méthode d'Oliver & Pharr[114]. En fait, la dernière s'appuie sur l'expression employée pour représenter la variation de la charge en fonction de la profondeur de l'empreinte dans la partie déchargement de la courbe :

$$P = B \cdot (h - h_f)^m \quad \text{Équation 10}$$

Où :

- P (mN) est la charge appliquée
- h (μm) est la profondeur enregistrée
- h_f (μm) est le déplacement déterminé après le retrait complet de l'indenteur défini sur la Figure 95
- B et m sont les coefficients dépendants de la nature du matériau

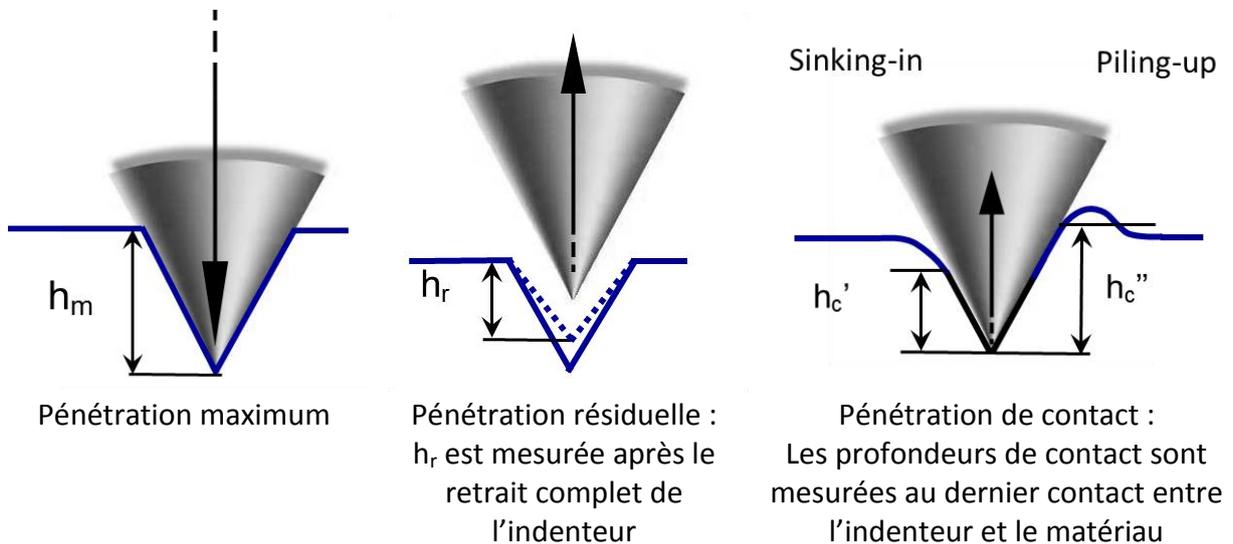


Figure 96 : Différentes profondeurs de pénétration de l'essai d'indentation

En pratique, on extrait les points expérimentaux au déchargement entre $0.4P$ et $0.98P$ pour les représenter en fonction de la profondeur afin d'éliminer les effets possibles du

fluage à la charge maximum (apparition d'un nez au tout début du déchargement) et pour ne pas prendre en compte la « virgule » à la fin du déchargement correspondant, le plus souvent, à un artefact de mesure dû à l'appareil lui-même. Les paramètres B, m, h_f sont déterminés par lissage des points expérimentaux entre 0.4P et 0.98P [112].

Ensuite, le calcul de la pente de la courbe de décharge-déplacement est obtenu en différenciant l'Équation 10. Puis en effectuant du calcul à la profondeur maximale d'indentation.

$$S_u = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = m \cdot B \cdot (h_{max} - h_f)^{m-1} \quad \text{Équation 11}$$

Selon la Figure 95, la profondeur résiduelle (h_r) peut être calculée par la méthode tangente selon l'Équation 12. La profondeur h_r s'obtient par l'intersection de la tangente à la courbe de décharge au maximum de la charge appliquée (P_{max}) avec l'axe des abscisses.

$$h_r = h_{max} - \frac{P_{max}}{S_u} \quad \text{Équation 12}$$

La profondeur de contact (h_c) est calculée avec une expression similaire en ajoutant un coefficient « ε » dépend le type indenteur ($\varepsilon = 0,75$ pour les indenteur pyramidaux) [114]:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S_u} \quad \text{Équation 13}$$

A partir de la définition de la dureté, le nombre de dureté est obtenu par le rapport entre la charge d'indentation appliquée et une aire représentative de l'empreinte ($H = \frac{P}{A}$), il est possible de calculer la dureté dans ce cas. Cette dernière peut être calculée en tenant compte de la profondeur maximale atteinte, de la profondeur résiduelle ou de la profondeur de contact que l'on peut considérer. De plus, dans chaque cas, on peut considérer soit l'aire projetée, soit l'aire de contact réelle [112]. La dureté est calculée selon les différentes profondeurs de pénétration par différentes expressions présentées dans le Tableau 24.

Tableau 33 : Différentes expressions pour calculer la dureté selon la profondeur de pénétration [112]

Profondeur de pénétration	Maximal (h_m)	Résiduelle (h_r)	Contact ($h_c=h_c'$ ou h_c'')
Aire de contact réelle	$HM = \frac{P_{max}}{26.43 * h_m^2}$ Dureté Martens (microindentation)	$H = \frac{P_{max}}{26.43 * h_r^2}$	$H = \frac{P_{max}}{26.43 * h_c^2}$
Aire de contact projetée	$H = \frac{P_{max}}{24.5 * h_m^2}$	$H = \frac{P_{max}}{24.5 * h_r^2}$ Tangente	$H_{IT} = \frac{P_{max}}{24.5 * h_c^2}$ Dureté Oliver & Pharr (nanoindentation)

Dans les formules, l'aire de projetée ou l'aire de contact réelle sont déterminées en se basant sur le calcul du cône équivalent (voir Figure 97) par les équations : Équation 14 et Équation 15.

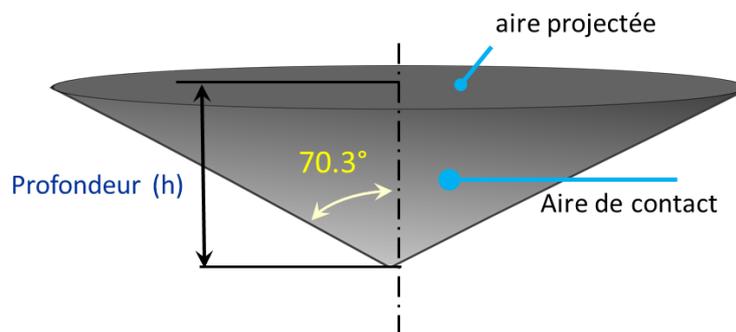


Figure 97 : Illustration l'aire de contact réelle et l'aire de projetée d'un cône tronconique équivalent

• Aire projetée : $A_p = \pi * h^2 * \tan^2(70.3^\circ) = 24.5 * h^2$ Équation 14

• Aire de contact : $A_c = \pi * h^2 * \frac{\tan(70.3^\circ)}{\cos(70.3^\circ)} = 26.43 * h^2$ Équation 15

En fait, dans les mesures d'indentation, il est pratiquement impossible d'obtenir une forme parfaite de l'indenteur. Le sommet de la pyramide est forcément arrondi (voir Figure 98). Cet effet doit être pris en compte également dans le traitement des données.

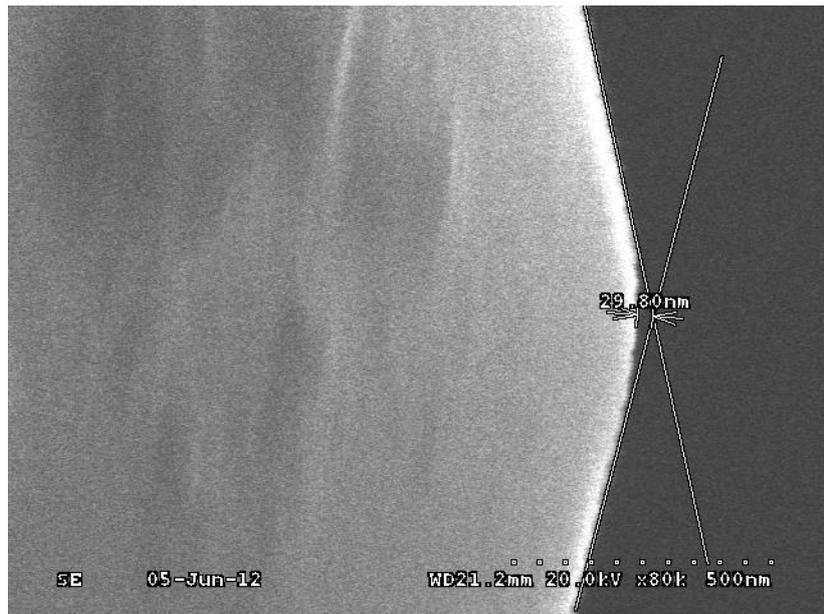


Figure 98 : Arrondissement du sommet de l'indenteur

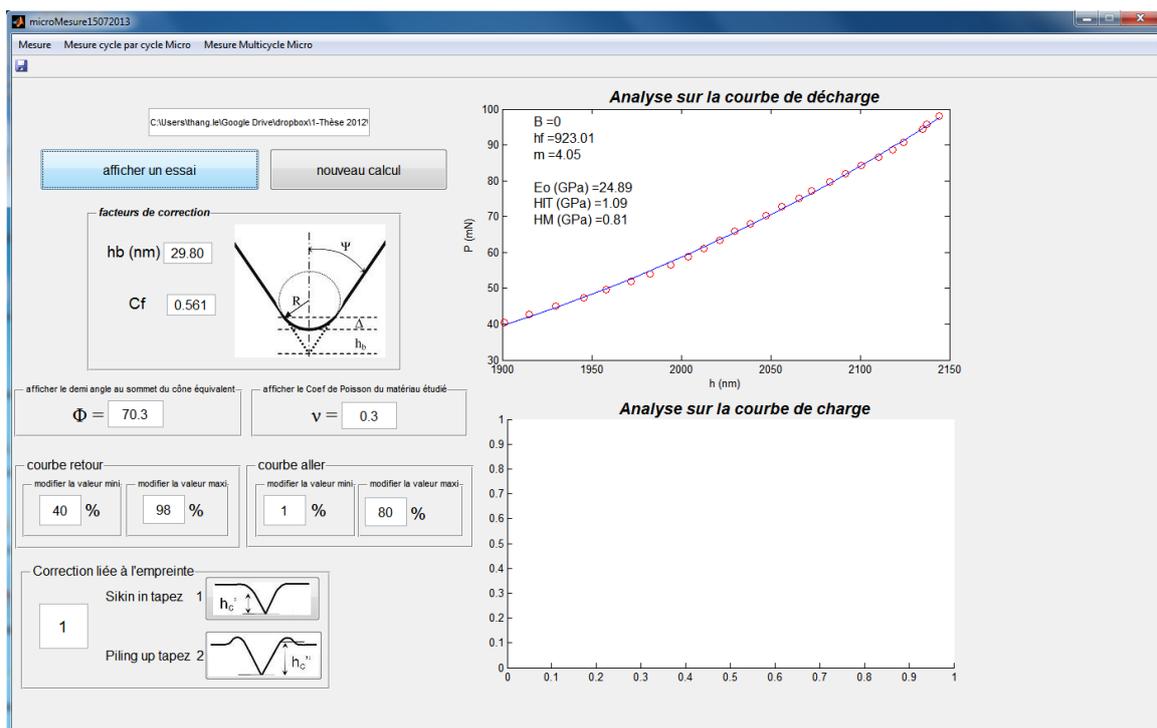


Figure 99 : Interface du programme de traitement des données de mesure

Selon Mendoza [112], aujourd'hui on utilise la dureté Martens car elle peut être comparée à la dureté Vickers mesurée par la méthode conventionnelles. Et il faut être précautionneux en comparant les duretés car elles ne sont pas définies avec les mêmes règles. Le résultat est donc totalement différent. Par contre, différents indenteurs qui

conduiraient au même indent conique équivalent et qui amèneraient donc à la même aire de contact pour une profondeur d'empreinte identique, sont comparables (comme par exemple les indentateurs Berkovitch modifié et Vickers [112]).

Dans notre cas, les deux duretés Martens (H_M) et Oliver & Pharr (H_{IT}) sont déterminées. Un programme sous Matlab a été créé afin de traiter les données. Dans ce programme, les deux duretés sont calculées pour les deux échelles : micrométrique et nanométrique. En fait, on utilise souvent la dureté Martens (H_M) pour les essais d'indentation à l'échelle micrométrique. Dans notre cas, les essais sont réalisés à l'échelle micrométrique donc la dureté Martens est plus pertinente à analyser.

Le module d'Young du matériau est défini comme la pente de la courbe contrainte-déformation obtenue après un essai d'indentation, pendant le régime élastique de la décharge. Le module d'élasticité réduite (E_r) est calculé après avoir pris en compte l'élasticité de l'indenteur par l'Équation 16 [111]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad \text{Équation 16}$$

Où :

- E_f : module élastique du matériau
- ν_f : coefficient de Poisson du matériau
- E_i : module élastique de l'indenteur
- ν_i : coefficient de Poisson de l'indenteur

Influence de l'humidité des granulats de béton recyclé sur le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers

Résumé

La protection des ressources naturelles devient de plus en plus nécessaire, en même temps, la démolition des structures en béton génère des quantités importantes de déchets qui pourraient être concassés puis recyclés sous forme de granulats. Jusqu'à présent, seule une petite fraction de ces déchets est réutilisée, essentiellement en travaux routiers. L'amélioration des techniques de caractérisation des granulats de béton recyclé (GBR) et une meilleure compréhension des propriétés des bétons fabriqués avec ces derniers permettraient de promouvoir l'utilisation des GBR. Ce travail vise à étudier l'influence de l'état de saturation des GBR (notamment des sables recyclés) sur le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers. La première partie de ce travail consiste à étudier l'absorption d'eau d'un sable recyclé (SR) par différentes méthodes (EN 1097-6, IFSTTAR N°78, évaporométrie et extrapolation). Les résultats montrent que l'absorption d'eau du SR est plus importante que celle du sable naturel (SN). Cependant, la valeur d'absorption d'eau du SR dépend étroitement de la méthode employée et du mode de pré-saturation. La deuxième partie est dédiée à l'influence de l'état de saturation sur la maniabilité des mortiers. Les résultats montrent que l'état de saturation initial, le mode de pré-saturation et le temps de pré-saturation influencent significativement la maniabilité des mortiers. L'influence de l'état de saturation des granulats recyclés sur le comportement à l'état durci (résistance en compression et microstructure) est ensuite étudiée à partir de deux mortiers contenant du SR à l'état sec et sursaturé. La microstructure est examinée au microscope électronique à balayage (MEB) associée à l'analyse d'images et également par essai d'indentation sous MEB. La résistance des mortiers contenant du SR est moins importante que celle des mortiers contenant du SN. L'état de saturation initial du SR (saturé ou sec) influence peu la résistance en compression, la méso porosité totale de la nouvelle zone d'interface (ITZ) et la dureté de la matrice cimentaire. En revanche, l'état de saturation du SR influence significativement la distribution de la méso-porosité dans la nouvelle ITZ.

Mots clés : granulats de béton recyclé, absorption d'eau, maniabilité, état de saturation, zone d'interface, nano-indentation.

Influence of humidity of recycled concrete aggregate on the fresh and hardness behavior of mortar

Abstract

The protection of natural resources is becoming necessary. In the same time, the demolition of concrete structures generates significant amounts of waste that could be crushed and recycled as aggregates. Up to now, only a small fraction of this waste is re-used, mainly in road construction. Improved techniques of characterization of recycled concrete aggregate (RCA) and a better understanding of the properties of concrete based on RCA would promote their use. The aim of this work is to study the influence of the state of saturation of RCA, especially of recycled sand (RS), on the fresh and hardened behavior of mortars. The first part of this work is dedicated to the study of water absorption of RS by different methods (EN 1097-6, IFSTTAR No. 78, evaporometry and extrapolation). The results show that the water absorption of recycled sand is greater than that of natural sand (NS). However, the water absorption value of the RS is closely related to the used method and the pre-saturation mode. The second part is dedicated to the influence of the saturation state of aggregates on the workability of mortars. The results show that the initial saturation state, the pre-saturation mode and the pre-saturation time significantly influence the workability of the mortars. The influence of the saturation state of recycled aggregates on the hardened behavior of mortar (compressive strength and microstructure) is then studied with two mortars based on recycled dry or over-saturated sand. The microstructure is explored by scanning electron microscopy (SEM) followed by image analysis and by indentation test under the SEM. The compressive strength of mortars containing RS is lower than that of mortars made with NS. Moreover, the initial saturation state of RS (dry or over-saturated) does not influence significantly the compressive strength of mortars, the mean porosity of the new interfacial transition zone (ITZ) and the micro-hardness of the cement matrix. However, the saturation state influences significantly the distribution of meso-porosity in the new ITZ.

Key words: recycled concrete aggregate, water absorption, workability, saturation state, interfacial transition zone, nano-indentation.