



HAL
open science

Valorisation des sédiments de dragage et des granulats de béton recyclés

Mahfoud Benzerzour, Yassine Abriak

► **To cite this version:**

Mahfoud Benzerzour, Yassine Abriak. Valorisation des sédiments de dragage et des granulats de béton recyclés. Génie civil. Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai; Université de Sherbrooke (Québec, Canada), 2023. Français. NNT : 2023MTLD0004 . tel-04682158

HAL Id: tel-04682158

<https://hal.science/tel-04682158v1>

Submitted on 5 Sep 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE EN COTUTELLE FRANCO-CANADIENNE

Présentée en vue
d'obtenir le grade
de

DOCTEUR

en
Sciences pour l'ingénieur
Spécialité : Génie Civil par

Yassine ABRIAK

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

PHILOSOPHIE DOCTOR (PH. D.)
DÉLIVRÉ PAR LA FACULTÉ DE GÉNIE DE L'UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

Titre de la thèse :

Valorisation des sédiments de dragage et des granulats de béton recyclés.

Soutenue le 21/06/2023 devant le jury d'examen :

Président	<i>Ali ZAOUJ, Professeur, Polytech Lille</i>
Rapportrice	<i>Salima AGGOUN, Professeure, CY Cergy Paris université</i>
Rapporteur	<i>Fabrice BERNARD, Maitre de conférences-HDR, INSA de Rennes</i>
Examinatrice	<i>Rose-Marie DHEILLY, Professeure, Université de Picardie</i>
Examineur	<i>Ouali Amiri, Professeur, Université de Nantes</i>
Examineur	<i>Ammar Yahia, Professeur, Université de Sherbrooke</i>
Invité	<i>Ahmed SENOUCI, Professeur, Université de Houston, Texas</i>
Directeur de thèse	<i>Mahfoud BENZERZOUR, Professeur, IMT Nord Europe</i>
Co-Directeur de thèse	<i>Patrice Rivard, Professeur, Université de Sherbrooke</i>
Encadrant	<i>Walid MAHERZI, Maitre de conférences, IMT Nord Europe</i>

REMERCIEMENTS

J'ai pu terminer ma thèse grâce à l'aide de nombreuses personnes qui m'ont accordé leur temps, leurs encouragements, leur soutien et leur connaissance.

Dans un premier temps, je tiens à remercier sincèrement mes directeurs de thèse Pr. Mahfoud Benzerzour et Pr. Patrice Rivard ainsi que mon encadrant Dr. Walid Maherzi pour leurs disponibilités, leur écoute et leur soutien.

Je tiens également à remercier le docteur Fabrice Bernard et la Professeure Salima Aggoun d'avoir accepté de rapporter mes travaux de thèse, les professeurs Ali Zaoui, Ouali Amiri, Rose-Marie Dheilly d'avoir d'examiner mes travaux, le professeur Ahmed Senouci d'avoir fait y partie de mon jury de thèse

Merci à Johanna, Guillaume et Mickaël pour leurs conseils et leur disponibilité durant les essais.

Merci également aux doctorants et post-doctorats avec qui j'ai partagé beaucoup de moments : Salim, Jana, Selma, Chinh, Ali.A, Mohamed, Zeinab, Ali.B, Amine, Marouane, Afif, Ahmed, etc.

Je remercie aussi toute ma famille, oncles, tantes, cousins et cousines pour leur soutien et spécialement mes grands-grands.

Enfin, je remercie sincèrement mon père et ma mère pour leur soutien sans faille, leur encouragement et leur présence qui m'ont été d'une grande aide durant ces trois années de thèse. Une pensée particulière à ma sœur Youssra et son mari Ahmad.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	8
I. Mise en contexte	8
II. Problématique	8
III. Cahier des charges et objectifs	9
Chapitre 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	15
1. Problématique des sédiments	15
1.1. Définition des sédiments et origine	15
1.2. Composition générale des sédiments	15
1.3. Granulométrie des sédiments	16
1.4. Polluants dans les sédiments	17
1.5. Réglementation vis-à-vis des sédiments marins	18
1.6. Valorisation des sédiments dans le génie civil	23
2. Problématique des granulats de béton recyclés (GBR)	23
2.1. Production des GBR	23
2.2. Propriétés des GBR	23
3. Utilisation des sédiments et des granulats recyclés issus de la déconstruction en technique routière	28
3.1. Généralités	28
3.2. Méthodologie de valorisation des sédiments et des GBR en couche de forme	33
4. Ciment	42
4.1. Définition	42
4.2. Hydratation du ciment	44
4.3. Cinétique d'hydratation	45
4.4. Degré de l'hydratation du ciment	48
4.5. Modélisation de l'hydratation	52
5. Utilisation des fines de GBR en tant qu'addition minérale sans prétraitement dans le ciment	56
6. Utilisation du sable recyclé dans les matrices cimentaires	60
6.1. Influence du sable recyclé à l'état frais	60
6.2. Influence du sable recyclé à l'état durci	61
7. Conclusion du chapitre	62
Chapitre 2 : VALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DES GRANULATS DE BETON RECYCLES EN COUCHE DE FORME	65
1. Résumé général de l'article	65
1.1. Introduction	65
1.2. Matériaux	65

1.3. Méthode	65
1.4. Résultats et discussion	66
1.5. Conclusion	67
2. Abstract	69
3. Introduction.....	70
4. Materials and Methods	72
4.1. Marine Dredged Sediments (SED)	72
4.2. Recycled Concrete Aggregate (RCA)	72
4.3. Material Characterization.....	73
4.4. Hydraulic Binder and Quicklime.....	74
4.5. Methods	75
5. Results and Discussion.....	79
5.1. Leaching Tests.....	79
5.2. Physical and Geotechnical Characterization of Non-Treated and Treated Mixes	80
5.3. Designed Material Sustainability	82
5.4. Mechanical Behavior	83
5.5. Environmental Assessment of Designed Materials	86
6. Conclusion	87
Chapitre 3 : INFLUENCE DES FINES RECYCLEES ISSU DE GRANULAT DE BETON RECYCLE SUR LA	
CINETIQUE D'HYDRATATION ET LES PROPRIETES MECANIQUE ET MICROSTRUCTURALE- APPROCHE	
EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE	
90	
1. Résumé général de l'article	90
1.1. Introduction.....	90
1.2. Matériaux	90
1.3. Méthode.....	91
1.4. Résultats et discussion	92
1.5. Conclusion	93
2. Abstract	95
3. Introduction.....	96
4. Research significance	97
5. Materials and methods	98
5.1. Materials.....	98
5.2. Methods	100
6. Experimental results and discussion	104
6.1. Hydration heat.....	104
6.2. DoH.....	106

6.3. Hydration products of mixtures	108
6.4. Compressive strength.....	109
6.5. Microstructure.....	110
6.6. Numerical modeling of cement hydration using the CEMHYD3D.....	113
6.7. Results of numerical modeling.....	115
7. Conclusions.....	122
Chapitre 4 : COVALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DE GRANULATS DE BETON RECYCLE DANS DES MORTIERS : ÉTUDE DES PROPRIETES MECANIQUES ET DE LA DURABILITE.....	
1. Résumé général de l'article	125
1.1. Introduction.....	125
1.2. Matériaux	126
1.3. Méthode	126
1.4. Résultats et discussion	128
1.5. Conclusion	130
2. Abstract	133
3. Introduction.....	134
4. Materials and methods	135
4.1. Materials.....	135
4.2. Methods	139
5. Results and discussion.....	143
5.1. Mechanical strength.....	143
5.2. Porosity investigation.....	144
5.3. Durability test	147
6. Conclusion	154
CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES	157
RÉFÉRENCES	161
ANNEXES.....	176

LISTE DES FIGURES

INTRODUCTION GENERALE

Figure 0. 1. Volume mondial de sédiments dragués	9
--	---

Chapitre 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Figure 1. 1. Granulat de béton recyclé [42].....	24
Figure 1. 2. Absorption des granulats de béton recyclés [46].....	25
Figure 1. 3. Masse volumique des granulats de béton recyclés [46]	26
Figure 1. 4. Caractéristiques mécaniques des granulats de béton recyclés [46]	26
Figure 1. 5. Couche de chaussée	28
Figure 1. 6. Usage de "type 1"	29
Figure 1. 7. Usage de "type 2"	30
Figure 1. 8. Usage de "type 3"	31
Figure 1. 9. Classe de sol.....	36
Figure 1. 10. Effet du traitement de sol [57]	39
Figure 1. 11. Abaque performances escomptables à long terme [57].....	42
Figure 1. 12. Evolution des phases minérales et des hydrates au cours du temps lors de l'hydratation du ciment [69]	46
Figure 1. 13. Chaleur d'hydratation du ciment Portland [70]	48
Figure 1. 14. Intervalles de température de la déshydroxylation de la portlandite selon différents auteurs [68]	50
Figure 1. 15. Méthode des tangentes [68]	51
Figure 1. 16. Méthode de la dérivée [68]	51
Figure 1. 17. Répartition des différentes phases du ciment [68]	56
Figure 1. 18. Les différentes étapes du processus de modélisation de l'hydratation dans le code CEMHYD3D [68].....	56
Figure 1. 19.. Résistance à la compression des mortiers incorporant des fines recyclées [68].....	57
Figure 1. 20. Chaleurs d'hydratation des mortiers incorporant des fines recyclées [68]	58
Figure 1. 21. Résistance à la compression des mortiers incorporant des fines recyclées [68].....	59
Figure 1. 22. Affaissement en fonction du temps de mortier incorporant du sable recyclé avec un E/C et état de saturation différent (avec S : saturé et D : sec) [87]	61

Chapitre 2 : VALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DES GRANULATS DE BETON RECYCLES EN COUCHE DE FORME

Figure 2. 1. Illustration of raw materials and sediment (in left) RCA (in right)	72
Figure 2. 2. XRD patterns of RCAs and SEDs; qtz, quartz; cc, calcite; e, ettringite; a, albite; ill, illit.	74
Figure 2. 3. Mix grain size distribution and optimal reference curves.....	76
Figure 2. 4. Mix IBR indexes: (a) non-treated and (b) treated.	81
Figure 2. 5. ITS and swelling volume after immersion in water.	83
Figure 2. 6. Mix mechanical strength development.....	84
Figure 2. 7. Mix mechanical strength development.....	86

Chapitre 3 : INFLUENCE DES FINES RECYCLEES ISSUES DE GRANULATS DE BETON RECYCLES SUR LA CINETIQUE D'HYDRATATION ET LES PROPRIETES MECANIQUES ET MICROSTRUCTURALES- APPROCHE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE

Figure 3. 1. XRD patterns of SF powder (1) Quartz, (2) Calcite, (3) Mono-carboaluminate and (4) Ettringite..... 100

Figure 3. 2. Hydration heat of cement pastes measured by isothermal conduction calorimetry analysis. 105

Figure 3. 3. DoH of cement pastes over hydration time measured by TGA analysis. 107

Figure 3. 4. Ca(OH)₂ content formed from the hydration of 100 g of anhydrous blended cement. ... 108

Figure 3. 5. Portlandite-to-anhydrous blend ratios of cement pastes containing SF powder over time: experimental measurements and theoretical ratios considering the dilution of cement content. ... 108

Figure 3. 6. XRD patterns of cement pastes over hydration time (1) Ettringite (AFt), (2) Portlandite, (3) C3S, (4) Quartz, (5) Monocarboaluminate; (6) AFm, (7) Calcite..... 109

Figure 3. 7. Compressive strength development of mortars over time. 110

Figure 3. 8. (a) Porosities of cement pastes curing time as measured by the MIP technique; (b) Pore size distributions of cement pastes at different curing time as measured by the MIP technique. 112

Figure 3. 9. DoH of Mref paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction. 117

Figure 3. 10. DoH of MSF10 paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction. 117

Figure 3. 11. DoH of MSF20 paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction. 118

Figure 3. 12. DoH of MSF30 paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction. 118

Figure 3. 13. DoH development of C₃S phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D. 119

Figure 3. 14. DoH development of C₂S phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D. 119

Figure 3. 15. DoH development of C₃A phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D. 120

Figure 3. 16. DoH development of C₄AF phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D. ... 120

Figure 3. 17. Microstructure development of Mref and MSF 10 pastes over hydration time simulated in the CEMHYD3D..... 121

Figure 3. 18. Microstructure development of Mref and MSF 10 pastes over hydration time simulated in the CEMHYD3D..... 121

Chapitre 4 : COVALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DE GRANULATS DE BETON RECYCLE DANS DES MORTIERS : ÉTUDE DES PROPRIETES MECANIQUES ET DE LA DURABILITE

Figure 4. 1. Particle size distribution of materials 137

Figure 4. 2. XRD patterns of SEDs and RSs (1) Quartz, (2) Calcite, (3) Mono-carboaluminate, (4) Ettringite, (5) Illite 138

Figure 4. 3. Autoclave 142

Figure 4. 4. Carbonation chamber..... 143

Figure 4. 5. Mechanical strength 144

Figure 4. 6. Pore size distribution after 7 and 56 days 146

Figure 4. 7. Differential distribution of mercury intrusion after 7 and 56 days 147

Figure 4. 8. Results of the alkali-aggregate test 148

Figure 4. 9. Results of the internal sulphate attack test 149

Figure 4. 10. Mass variation after the internal sulphate attack test 150

Figure 4. 11. Results of the external sulphate attack test..... 151

Figure 4. 12. Mass variation after the external sulphate attack test	152
Figure 4. 13. Carbonation front of F1	153
Figure 4. 14. Mechanical strength after accelerated carbonation.....	154

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Tableau 1. 1. Classification granulométrique	17
Tableau 1. 2. Volume de sédiments dragués dans les grands ports de Québec [15]	18
Tableau 1. 3. Seuils de pollution des contaminants minéraux (en mg/kg) [22–24].....	19
Tableau 1. 4. Contaminants minéraux et seuils de pollution (en mg/kg) [22].....	20
Tableau 1. 5. Constituants présents dans les granulats recyclés.	27
Tableau 1. 6. Seuil de lixiviation des matériaux alternatifs et granulats recyclés.....	33
Tableau 1. 7. Classification des granulats recyclés.....	34
Tableau 1. 8. Classification des graves selon leurs caractéristiques principales.....	35
Tableau 1. 9. IPI minimal selon la classe de matériau	37
Tableau 1. 10. Notation des composés chimiques.....	38
Tableau 1. 11. Modalités de traitement selon les classes de sols.....	40
Tableau 1. 12. Paramètres de l'aptitude au traitement [57]	40
Tableau 1. 13. Caractéristiques mécaniques et critère de jugement [57]	41
Tableau 1. 14. Teneur des différentes phases minérales dans le ciment	43
Tableau 1. 15. Les différents types de ciments	44
Tableau 1. 16. Estimation de la quantité d'eau liée produite pour les cinq principales phases minérales	52
Tableau 1. 17. Résistance mécanique en fonction de l'état de saturation des GBR.....	62

Chapitre 2 : VALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DES GRANULATS DE BETON RECYCLES EN COUCHE DE FORME

Tableau 2. 1. SED and RCA physical characteristics	73
Tableau 2. 2. Treated material sustainability criteria.	78
Tableau 2. 3. Environmental acceptability criteria for road construction.	79
Tableau 2. 4. Mix physical characteristics and geotechnical classification.....	80
Tableau 2. 5. Designed materials for recycling sediments and granular addition.	82
Tableau 2. 6. Water immersion effect on UCS.	85
Tableau 2. 7. Results of leaching test of mix.	87

Chapitre 3 : INFLUENCE DES FINES RECYCLEES ISSUES DE GRANULATS DE BETON RECYCLE SUR LA CINETIQUE D'HYDRATATION ET LES PROPRIETES MECANIQUES ET MICROSTRUCTURALES - APPROCHE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE

Tableau 3. 1. Physical properties and chemical composition of materials	99
Tableau 3. 2. Composition of cement pastes.	101
Tableau 3. 3. Ultimate chemically bound water of blended cements.	103
Tableau 3. 4. Composition of mortar used in the compressive strength test.....	104
Tableau 3. 5. Mineralogical composition of blended cement modeled in the CEMHYD3D.....	114
Tableau 3. 6. Composition of virtual blended cement pastes modeled in the CEMHYD3D.	115

**Chapitre 4 : COVALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DE GRANULATS DE BETON RECYCLE
DANS DES MORTIERS : ÉTUDE DES PROPRIETES MECANIQUES ET DE LA DURABILITE**

Tableau 4. 1. Physical properties and chemical compositions of materials.....	136
Tableau 4. 2. Results of leaching test of SEDs	137
Tableau 4. 3. Composition of mortars.....	139

INTRODUCTION GENERALE

I. Mise en contexte

Ces dernières années, l'extraction des matières premières a été considérable. En cause, l'augmentation des besoins mondiaux en matières premières ayant pour conséquence une diminution drastique de ces ressources non renouvelables. Selon un rapport de l'International Energy Agency (IEA) publié en 2019, la consommation de matériaux de construction dans le monde a atteint environ 168 milliards de tonnes en 2018. Cela représente une augmentation de plus de 60 % par rapport aux niveaux de consommation de matériaux en 2000.

Selon l'Union nationale des industries de carrières et des matériaux de construction (UNICEM), la production nationale annuelle de granulats naturels est de 326 Mt alors que la consommation est de 328 Mt par an, soit 5 tonnes par habitant. Ainsi, le niveau de consommation est supérieur à celui de la production. Le secteur du BTP est le principal consommateur de ces matières premières par son utilisation massive pour la fabrication de route, de béton, de ciment, etc.

Par conséquent, l'extraction de granulats ainsi que la fabrication de matériaux à base de granulats sont responsables de l'appauvrissement des ressources naturelles ainsi que d'une grande partie des émissions de gaz à effet de serre (environ 3 t CO₂e/an).

Dans une optique de développement durable et d'économie circulaire, l'utilisation de matériaux alternatifs est devenue une nécessité.

II. Problématique

Selon l'Agence nationale de la transition écologique (ADEME), 342 Mt de déchets sont produits par an dont 240 Mt proviennent du BTP. Selon l'UNICEM seulement 28% des besoins en granulats proviennent des granulats de recyclage. Il est donc nécessaire d'augmenter ce % par la mise en œuvre d'une stratégie nationale afin de préserver les matériaux de carrière et d'approvisionner au mieux notre territoire. Ainsi l'usage des granulats recyclés devient un impératif si nous souhaitons continuer à pouvoir construire des bâtiments, des infrastructures et des routes de qualité tout en préservant nos ressources naturelles.

Aujourd'hui, les granulats recyclés sont principalement utilisés dans les routes ou dans le remblayage du fait que les normes de construction pour ce type d'infrastructure sont moins

exigeantes que celle du secteur du bâtiment, mais restent cependant moins utilisés que les granulats naturels. Dans le cas des granulats de béton recyclés (GBR), les granulats possèdent une pâte de ciment durcie adhérente issue du béton d'origine. Cette pâte leur confère une grande porosité et une forte absorption d'eau par rapport aux granulats naturels et une moins bonne résistance mécanique ce qui rend leurs utilisations plus difficiles [1,2].

Par ailleurs, afin de maintenir les activités portuaires, maritimes et fluviales, 50 Mm³ de sédiments sont dragués chaque année en France. La gestion à terre des sédiments est de plus en plus compliquée du fait de la saturation des espaces de stockage et de la présence de contaminants. La gestion des sédiments constitue un enjeu majeur puisqu'ils peuvent constituer une ressource minérale recyclée qui peut permettre de limiter l'usage des ressources naturelles.

Enfin, de manière générale, les sédiments sont une problématique mondiale qui concerne presque tous les continents. Au total, c'est environ 1 milliard de tonnes de sédiments qui sont dragués dans le monde (Figure 0.1.).

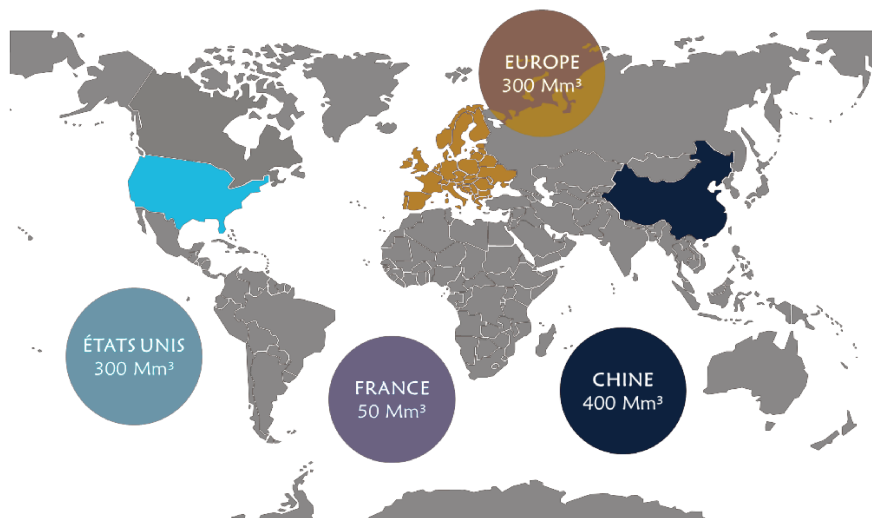


Figure 0. 1. Volume mondial de sédiments dragués

III. Cahier des charges et objectifs

L'objectif principal de ces travaux de thèse vise à valoriser simultanément les sédiments et granulats de béton recyclés dans différentes applications du génie civil. La première application visera la covalorisation des sédiments et des GBR en couche de forme pour le domaine routier. La seconde application consistera à valoriser les fines issues du béton recyclé en tant qu'addition minérale dans le ciment. Enfin la dernière application consistera à

covaloriser les sédiments et des granulats recyclés en tant que substituant du sable dans les mortiers.

Afin de mener au mieux ces travaux de recherche, ce document a été articulé en quatre chapitres :

Le Chapitre 1 présente une synthèse bibliographique sur la problématique des sédiments de dragage et des GBR. En ce qui concerne les sédiments on y décrit leurs compositions, la réglementation en vigueur les régissant ainsi que les filières de valorisation actuellement développées. En ce qui concerne les GBR, on présente dans ce chapitre 1 leurs principales compositions et propriétés et notamment leurs absorptions en eau qui est l'un des paramètres clés à leurs valorisations. Ensuite est présentée la méthodologie utilisée couramment pour la valorisation en technique routière. Un focus est réalisé sur l'utilisation des fines de béton recyclé en tant qu'addition minérale sans prétraitement dans le ciment ainsi que l'utilisation du sable recyclé dans les matrices cimentaires.

Le chapitre 2 est consacré à la faisabilité de la covalorisation des sédiments et GBR en couche de forme. Cet objectif s'inscrit dans le cadre de la valorisation des déchets en vue de produire des matières premières secondaires pour le secteur de la construction et de promouvoir l'utilisation de matériaux locaux. Plusieurs mélanges réalisés avec différents pourcentages de sédiments dragués et de GBR ont été sélectionnés et étudiés afin de répondre aux exigences normatives en matière de matériaux routiers. Les propriétés géotechniques, physiques et mécaniques des mélanges préparés ont été analysées. Les tests de portance immédiate et d'aptitude au traitement ont également été effectués afin de vérifier la pertinence de l'utilisation de ces mélanges dans la construction de la couche de forme. Enfin, une caractérisation environnementale a été réalisée pour valider l'aptitude environnementale de ces mélanges pour la construction de la couche de forme.

Le chapitre 3 est quant à lui dédié à l'étude de l'influence de la substitution partielle du ciment par des fines de béton recyclées (SF) sur la cinétique d'hydratation, les propriétés mécaniques et microstructurales avec une approche expérimentale et numérique. L'offre disponible de plusieurs additions supplémentaires pour le ciment typique comme les cendres volantes, le laitier, le filler calcaire ou le métakaolin, peut être limitée, tandis que la production de GBR a créé une quantité considérable de poudre fine. L'objectif de cette étude est d'étudier

l'influence de la substitution de la poudre fine obtenue à partir des granulats de béton recyclés sur la cinétique d'hydratation des phases cimentaires, la microstructure et les propriétés mécaniques des mortiers par le biais expérimental et de simulations numériques. Les analyses expérimentales telles que la calorimétrie isotherme par conduction, la thermogravimétrie et la porosité par introduction de mercure ont été utilisées pour étudier les changements potentiels sur le comportement d'hydratation et la microstructure des pâtes de ciment avec et sans poudre SF. Les pâtes de ciment virtuelles ont été créées en utilisant le CEMHYD3D afin de prédire l'impact de la substitution de la poudre SF sur le taux d'hydratation de chaque phase du ciment, ainsi que sur l'évolution de la microstructure du ciment hydraté en temps réel.

Enfin, le chapitre 4 traite de l'étude covalorisation du sable recyclé et des sédiments de dragage dans les mortiers. L'objectif de cette étude est d'examiner l'effet de la covalorisation des sédiments dragués et des granulats de béton sur les caractéristiques mécaniques et de durabilité. Un sédiment avec deux teneurs en eau différentes a été utilisé pour étudier également l'effet de l'utilisation de sédiments à forte teneur en eau dans le but de compenser l'absorption élevée des granulats de béton recyclés. Pour atteindre cet objectif, plusieurs mélanges ont été préparés. Un suivi des résistances à la compression et à la flexion a été réalisé. Leurs porosités ont été étudiées intrusion de mercure a été étudiée tandis que la durabilité a été évaluée par des tests de carbonatation accélérée, d'attaque sulfatique interne/externe et de réaction alcali-granat.

(Page laissée intentionnellement vide)

Chapitre 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE	15
1. Problématique des sédiments.....	15
1.1. Définition des sédiments et origine	15
1.2. Composition générale des sédiments	15
1.3. Granulométrie des sédiments	16
1.4. Polluants dans les sédiments	17
1.5. Réglementation vis-à-vis des sédiments marins	18
1.5.1. Echelle internationale.....	18
1.5.2. Echelle nationale canadienne.....	19
1.5.3. Echelle nationale française.....	20
1.6. Valorisation des sédiments dans le génie civil	23
2. Problématique des granulats de béton recyclés (GBR).....	23
2.1. Production des GBR.....	23
2.2. Propriétés des GBR.....	23
2.2.1. Absorption des GBR.....	24
2.2.2. Masse volumique des GBR	25
2.2.3. Caractéristiques mécaniques	26
2.2.4. Contaminants dans les GBR.....	27
2.2.5. Propriétés chimiques et minéralogiques des GBR	27
3. Utilisation des sédiments et des granulats recyclés issus de la déconstruction en technique routière.....	28
3.1. Généralités	28
3.1.1. Domaine d'emploi	29
3.1.2. Démarche de l'évaluation de l'acceptabilité en technique routière selon le guide SETRA. 31	
3.2. Méthodologie de valorisation des sédiments et des GBR en couche de forme	33
3.2.1. Classification géotechnique.....	36
3.2.2. Paramètre géotechnique pour une utilisation en couche de forme.....	36
3.2.3. Aptitude au traitement.....	40
3.2.4. Performances mécaniques à long terme pour une utilisation en couche de forme. 40	
4. Ciment	42
4.1. Définition.....	42
4.2. Hydratation du ciment	44
4.3. Cinétique d'hydratation	45
4.4. Degré de l'hydratation du ciment	48
4.5. Modélisation de l'hydratation.....	52

5. Utilisation des fines de GBR en tant qu'addition minérale sans prétraitement dans le ciment	56
6. Utilisation du sable recyclé dans les matrices cimentaires	60
6.1. Influence du sable recyclé à l'état frais	60
6.2. Influence du sable recyclé à l'état durci	61
7. Conclusion du chapitre	62

Chapitre 1 : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1. Problématique des sédiments

1.1. Définition des sédiments et origine

Les sédiments, au sens général, sont des particules solides déposées par gravité (sédimentation). Dans ce travail, nous nous intéressons aux sédiments déposés en milieu aqueux. On les caractérise selon leur granulométrie, leur composition minérale et leurs matières organiques. Les sédiments peuvent avoir deux origines, endogène ou exogène [3] :

- Les particules endogènes proviennent de la production naturelle du milieu (organismes aquatiques, animaux) ; alors que
- les particules exogènes proviennent d'un milieu extérieur. Elles sont principalement issues de l'écoulement des eaux, comme les fleuves ou le vent, et peuvent être soit d'origine naturelle (p. ex. érosion des roches), soit d'origine anthropique (p. ex. rejet agricole).

1.2. Composition générale des sédiments

Les sédiments ont une matrice très hétérogène qui est composée d'une fraction solide constituée d'éléments de natures minérale et organique ainsi que d'une fraction liquide constituée d'eau chargée en ions divers.

Eau

La teneur en eau dans les sédiments est très variable et dépend de la méthode de dragage et de la nature du sédiment [4,5]. On peut distinguer plusieurs types d'eau : l'eau libre, l'eau capillaire, l'eau colloïdale et l'eau pelliculaire [6,7] :

- L'eau libre : elle n'est pas liée aux particules et circule librement à travers les grains.
- L'eau capillaire est liée à la matrice solide par des forces de capillarité qui créent entre les grains des forces d'attraction.
- L'eau colloïdale permet l'hydratation des colloïdes.
- L'eau absorbée et pelliculaire est liée à la surface des particules et constitue un film autour d'elles.
- L'eau de constitution fait partie de la constitution chimique des masses minérales présentes dans la phase solide du sol.

Matière organique

L'origine de la matière organique dans les sédiments est très diverse. Il s'agit soit de débris végétaux, d'algues et de micro-organismes [8,9]. On distingue dans la matière organique [10]:

- Les substances non humiques : matière organique vivante, la matière organique fraîche, les composés en cours d'évolution transitoire. Ceux sont des composés relativement simples et de structure connue appartenant à la chimie classique comme les agents pathogènes, les acides organiques, les acides aminés, les protéines, les glucides.
- Les substances humiques qui sont composées de trois parties : la fraction humine, les acides humiques et les acides fulviques. Elles peuvent constituer 60 à 90% de la fraction organique totale.

Matière inorganique ou minérale

La fraction inorganique est constituée d'éléments minéraux qui proviennent de l'écorce terrestre et de débris coquillers. Leur composition minérale est différente selon leur origine.

- Les cailloux, gravillons, gravier et les sables terrigènes qui proviennent de l'érosion des sols ont une composition minéralogique qui dépend du sol érodé.
- Les sables quartzeux contiennent essentiellement du quartz avec une possibilité de micas ou de feldspaths.
- Les éléments fins et vases contiennent des éléments minéraux argileux tels que l'illite, la smectite, le chlorite et la kaolinite.

1.3. Granulométrie des sédiments

La granulométrie des sédiments est très variable et dépend essentiellement du point de prélèvement et de la nature de la matière solide. Le Tableau 1.1. présente la classification des matériaux en général selon leur granulométrie. Cette classification peut également s'appliquer dans le cas des sédiments. La granulométrie des sédiments joue un rôle important dans les caractéristiques physiques, mécaniques et dans la fixation des contaminants. Plusieurs travaux [6,11] ont montré que les contaminants sont principalement concentrés dans la fraction fine des sédiments (argile et limon). Des analyses réalisées sur des sédiments d'une zone portuaire de Montréal ont démontré qu'environ 70% des contaminants inorganiques présents étaient situés dans la portion fine (< 45µm) [11].

Tableau 1. 1. Classification granulométrique

Taille	Appellation
20 mm à 200 mm	Cailloux
2 mm à 20 mm	Graviers
0.2 mm à 2 mm	Sables grossiers
20 μ m à 0.2 mm	Sables fins
2 μ m à 20 μ m	Limons
< 2 μ m	Argiles

1.4. Polluants dans les sédiments

Dans les sédiments on trouve deux types de polluants :

- Les métaux lourds
- Les polluants organiques

Métaux lourds

Les métaux lourds sont naturellement présents dans les sédiments. Mais aujourd'hui, les activités industrielles ont fait que la teneur de certains métaux lourds a augmenté significativement dans les sédiments. Ces métaux lourds se rencontrent sous différentes formes : ions, complexes, adsorbés à la surface d'autres particules, etc. Cependant, leur teneur ne doit pas dépasser un certain seuil au risque que les sédiments soient considérés comme toxiques. En général, ils sont en équilibre avec l'eau interstitielle, mais la moindre perturbation des conditions environnementales peut entraîner des mécanismes de remobilisation des métaux. Les principaux métaux lourds que l'on retrouve dans les sédiments sont l'arsenic, le cadmium, le chrome, le cuivre, le mercure, le nickel, le plomb et le zinc. Parmi eux, le mercure, le plomb, l'arsenic et le cadmium sont les plus toxiques sur la santé humaine [12].

Micropolluants organiques

Les polluants organiques sont composés de carbone, d'hydrogène, d'oxygène et d'azote. Ils peuvent être un véritable danger pour la santé humaine. La plupart sont produits par l'homme, il en existe des centaines de milliers et les organismes vivants ont du mal à les éliminer [13]. Les principaux polluants organiques habituellement rencontrés dans les

sédiments de dragage sont le tributylétain (TBT), les polychlorobiphényles (PCB) et les Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP).

1.5. Réglementation vis-à-vis des sédiments marins

En France, les sédiments marins représentent environ 50Mm³ dont 90% concernent les ports maritimes estuaires [14]. Plusieurs réglementations encadrent la gestion des sédiments, que soit au niveau national français ou international. On estime que 90 % du volume des sédiments dragués est immergé dans le cadre des réglementations tandis que les 10 % restants sont gérés à terre.

Au Canada également, des volumes importants de sédiment sont dragués chaque année. Le Tableau 1.2. présente les volumes dragués au cours des 20 dernières années dans les grands ports de Québec.

Tableau 1. 2. Volume de sédiments dragués dans les grands ports de Québec [15]

Ports principaux	Volume total (m ³)
Port de Québec	5 141 271
Port de Sorel	213 799
Port de Trois-Rivières	249 149
Port de Montréal	3 766 049

1.5.1. Echelle internationale

A l'échelle internationale, plusieurs textes juridiques portent sur l'immersion des sédiments et la protection des milieux marins. On peut trouver :

- La convention de Londres du 29 décembre 1972 sur la prévention de la pollution des mers résultant de l'immersion de déchets [16];
- La convention de Barcelone de 1976 relative à la gestion intégrée des zones côtières de la Méditerranée [17,18] ;
- La convention OSPAR pour la protection du milieu marin de l'Atlantique du Nord-Est [19];
- La directive-cadre sur l'eau du 23 octobre 2000 ;
- La directive-cadre sur les déchets du 19 novembre 2008.

1.5.2. Echelle nationale canadienne

La qualité des sédiments est évaluée essentiellement à partir de deux documents qui sont les « critères intérimaires pour l'évaluation de la qualité des sédiments du Saint-Laurent » pour une gestion en milieu marin et la « Politique de protection des sols et de réhabilitation des terrains contaminés » pour le dépôt des sédiments en milieu terrestre [20,21]. Ces documents définissent trois seuils de gestions selon l'effet sur le milieu (Tableau 1.3.) :

- N1 : seuil sans effet (SSE)
- N2 : seuil d'effets mineurs (SEM)
- N3 : seuil d'effets néfastes (SEN)

Tableau 1. 3. *Seuils de pollution des contaminants minéraux (en mg/kg) [22–24]*

Les seuils	Hg	Cd	Pb	Cr	Cu	Zn	Ni
N1 : seuil sans effet (SSE)	0,05	0,2	23	55	28	100	35
N2 : seuil d'effets mineurs (SEM)	0,2	0,9	42,0	55	28	150	35
N3 : effet d'effets néfaste (SEN)	1,00	3	170	100	86	540	61

- Cinq seuils de concentration (Tableau 1.4.) :
 - Concentration d'effets fréquente (CEF) : le rejet en eau libre est interdit ;
 - Concentration produisant un effet probable (CEP) : des effets défavorables sont observés ;
 - Concentration d'effets rares (CER) : prévenir la pollution liée à des rejets industriels ;
 - Concentration d'effets occasionnels (CEO) : le rejet est interdit lorsqu'il y a un risque sur les espèces ;
 - Concentration seuil produisant un effet (CSE) : effets défavorables rarement observés.

Tableau 1. 4. Contaminants minéraux et seuils de pollution (en mg/kg) [22]

	Hg	Cd	Pb	Cr	Cu	Zn	Fluorine	Pyrène
CSE	0,005	0,32	18	30	11	70	0,01	0,04
CEP	0,13	0,67	30	52	19	120	0,02	0,15
CER	0,29	2,10	54	96	42	180	0,06	0,42
CEO	0,7	4,2	110	160	110	270	0,14	1,4
CEF	1,4	7,2	230	290	230	430	1,2	3,8

Au niveau fédéral, les opérations de dragage doivent respecter les lois canadiennes sur la protection de l'environnement (1972), sur la protection des eaux navigables (1985), l'évaluation environnementale (2012), sur les pêches (1985), sur la protection des eaux navigables (1985). Au niveau provincial (Québec), elles doivent respecter les lois sur la qualité de l'environnement (1999), sur la conservation et la mise en valeur de la faune (2008), sur les espèces menacées ou vulnérables (1989) et la Politique sur la protection des rives, du littoral et des plaines inondables (2014).

Une fois les sédiments dragués, la gestion à terre doit respecter les règlements sur l'enfouissement des sols contaminés (2001), sur l'enfouissement et l'incinération de matières résiduelles (2001), sur le stockage et les centres de transfert de sols contaminés (2014) et possiblement les exigences du guide d'implantation de lieux d'enfouissement sécuritaire [20].

1.5.3. Echelle nationale française

En France, l'immersion des sédiments est encadrée par l'arrêté du 30 juin 2020 modifiant l'arrêté du 9 août 2006 [25] relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux. Deux niveaux sont fixés (un niveau N1 et un niveau N2) :

- Au-dessous du niveau N1, l'impact potentiel est jugé neutre ou négligeable, les teneurs étant comparables au bruit de fond environnemental ;
- Entre le niveau N1 et le niveau N2, une investigation complémentaire peut s'avérer nécessaire en fonction du projet considéré et du degré de dépassement du niveau N1. De façon générale, l'investigation complémentaire doit être proportionnée à l'importance de l'opération envisagée. Elle consiste généralement à mettre en œuvre des tests écotoxicologiques ;

- Au-delà du niveau N2, une investigation complémentaire est généralement nécessaire, car des indices notables laissent présager un impact potentiel négatif sur l'environnement. L'opération d'immersion est susceptible d'être interdite sous réserve que cette interdiction soit la solution de gestion la moins dommageable pour l'environnement [26].

Les éléments à contrôler ainsi que leurs seuils fixés par l'arrêté du 30 juin 2020 [27] sont :

- Les éléments traces métalliques (ou métaux lourds) tels que l'arsenic, le cuivre, le mercure, etc. (Annexe 1.) ;
- Les polychlorobiphényles (PCB) (Annexe 2.) ;
- Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) (Annexe 3.) ;
- Les tributylétain (TBT) (Annexe 4.).

Réglementation française vis-à-vis de la gestion à terre.

Lorsque l'immersion n'est pas possible, une remise sur terre doit être réalisée. Sur terre, ils ont alors le statut de déchets et ont été caractérisés comme déchets dangereux, non inertes ou non dangereux ou inertes. La classification des déchets est basée sur leur qualité environnementale et les substances chimiques qu'ils renferment [28].

➤ Déchets inertes

Selon l'article R.541-8 du code de l'environnement, « est considéré comme inerte tout déchet qui ne subit aucune modification physique, chimique ou biologique importante, qui ne se décompose pas, ne brûle pas, ne produit aucune réaction physique ou chimique, n'est pas biodégradable et ne détériore pas les matières avec lesquelles il entre en contact d'une manière susceptible d'entraîner des atteintes à l'environnement ou à la santé humaine ».

Ce sont les déchets issus des activités de construction, de réhabilitation et de démolition liées au secteur du bâtiment (briques, bétons, céramiques, carrelages, vitres...) ainsi que des activités liées à la réalisation et à l'entretien d'ouvrages dont les terrassements (cailloux, terres, déblais, enrobés bitumineux sans goudron...). Ils ne sont pas dangereux, mais compte tenu de leurs volumes et de leurs quantités, ils doivent être stockés dans des sites adaptés avec des conditions de mise en œuvre encadrées. Au titre des déchets inertes, figurent notamment : béton, briques, tuiles, céramiques, verre, mélanges bitumineux sans goudron, terres et cailloux à l'exclusion de la terre végétale et de la tourbe.

➤ Déchets non inertes

Les déchets non dangereux non inertes sont variés. Généralement, on les définit par défaut comme étant ceux qui ne présentent aucune des caractéristiques spécifiques aux déchets dangereux et qu'on désigne parfois comme « déchets banals ».

➤ Déchets dangereux

En application de la directive européenne cadre sur les déchets, traduite dans le droit français par l'article R. 541-8 du code de l'environnement, la dangerosité des déchets est évaluée suivant 15 critères notés HP1 à HP15 (Arrêté du 1er juin 2015). Ces critères sont détaillés dans cet arrêté. Notamment, un déchet est déclaré dangereux lorsqu'au moins un de ces critères HP1 à HP15 lui est attribué.

Critères d'acceptation en installations de stockage

L'annexe II de l'arrêté du 28 octobre 2010 (remplacé par l'arrêté du 12 décembre 2014) relatif aux Installations de Stockage de Déchets inertes (ISDI) donne des seuils à ne pas dépasser en contenu total et en éléments relargués par lixiviation ; ces derniers sont récapitulés dans l'Annexe 5. Lorsque les valeurs limites pour les chlorures, les sulfates ou la fraction soluble sont dépassées dans l'éluât, il est toujours possible d'admettre le déchet en ISDI s'il respecte soit les limites en chlorures et sulfates soit la limite en fraction soluble.

Ces seuils peuvent aussi bénéficier d'une certaine souplesse en vertu de l'article 10 de l'arrêté du 28 octobre 2010 sous condition d'une étude à l'appui, par arrêté préfectoral, le seuil du COT en contenu total peut être multiplié par 2 et les seuils de relargage dans l'éluât (hors COT) peuvent être multipliés par 3. Si la limite d'admission en ISDI est tout de même dépassée pour les sulfates dans l'éluât, il est possible de réaliser l'essai de lixiviation normalisé en percolation ascendante selon la norme NF EN 14405 [29] (2017). Au terme de cet essai, le sédiment peut être admis en ISDI au regard du relargage en sulfate si la teneur en sulfate dans la première fraction (ratio L/S cumulé de 0,1) ne dépasse pas 1500 mg/kg de matière sèche et si la teneur en sulfate totale (ratio L/S cumulé de 10) ne dépasse pas 6000 mg/kg de matière sèche. Si c'est la teneur en COT de l'éluât qui est trop élevée pour que le sédiment soit admis en ISDI, il est possible, lorsque le pH de l'éluât n'est pas compris entre 7,5 et 8, de recommencer le test en fixant le pH. En plus de ces seuils à respecter, il est nécessaire, et ce pour toutes les installations de stockage des déchets, que les sédiments ne présentent pas de radioactivité,

qu'ils ne soient pas fermentescibles, qu'ils ne présentent pas de risques infectieux et qu'ils ne soient pas pulvérulents.

1.6. Valorisation des sédiments dans le génie civil

La valorisation des sédiments dans le génie civil a fait l'objet de nombreuses recherches. A l'IMT Nord Europe où la démarche Sédimateriaux est utilisée, mais également dans d'autres établissements de recherche, les sédiments ont été valorisés dans différentes applications telles que :

- En technique routière en tant que granulats que ce soit en couche de forme ou couche d'assise,
- Dans la fabrication de granulat artificielle [30,31],
- Dans le secteur de la briqueterie [32–34],
- Dans le mortier et le béton [35,36],
- Dans la réalisation d'éco-modélé [37],
- En tant qu'additions minérales [38–40].

2. Problématique des granulats de béton recyclés (GBR)

2.1. Production des GBR

Les installations pour la production de granulats recyclés ne sont pas très différentes des usines de production d'agrégats concassés provenant d'autres sources. Elles intègrent divers types de concasseurs, de cribles, d'équipements de transfert et de dispositifs d'élimination des corps étrangers. Suivant la qualité du béton à partir duquel les GBR sont produits, une fraction plus ou moins importante des granulats se dégrade en fines en passant dans le concasseur, essentiellement formée du mortier primaire. La production des GBR issus du bâtiment nécessite un tri contrairement à ce des ouvrages d'art du fait leurs compositions (bois, verre, etc.). Cela commence par la séparation d'éventuels métaux à l'aide d'électro-aimants et l'élimination de plastiques avec des souffleurs d'air (des tris manuels peuvent aussi avoir lieu). Puis une élimination des éléments flottants comme le bois est réalisée par immersion (des tris manuels peuvent aussi avoir lieu). Le béton est ensuite cisailé à l'aide de brise roche et concassé. Enfin un dernier tri visuel est effectué avant le criblage [2,41].

2.2. Propriétés des GBR

Lors de la fabrication des GBR, une partie de la pâte de ciment d'origine reste attachée au granulat naturel comme schématisé dans la Figure 1.1. Cette pâte de ciment rend les GBR plus

poreux que les granulats naturels et par conséquent détériore leurs qualités. Dans les granulats de béton recyclé, on distingue :

- Les fines recyclées : ils sont fins et ont une granulométrie entre 0 et 500 μm ;
- Les sables recyclés : généralement de granulométrie 0/4 mm ;
- Les gravillons recyclés : généralement de granulométrie supérieure à 4 mm.

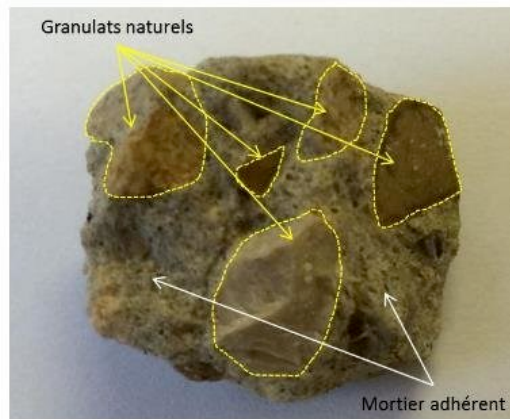


Figure 1. 1. Granulat de béton recyclé [42]

2.2.1. Absorption des GBR

L'absorption d'eau des granulats en général est un facteur important qui peut influencer les propriétés des matériaux dans lesquels ils sont introduits et qui est associé à la porosité du mortier résiduel. Plusieurs études ont montré que plus il y a de mortier primaire et plus l'absorption d'eau est importante (Figure 1.2.). Afin de déterminer ceux des GBR, les normes utilisées pour les granulats naturels comme la NF EN 1097-6 [43] ou la méthode IFSTTAR n°78 [44] sont employées. Les normes font la différence entre l'absorption des gravillons et celle des sables, cependant le principe reste le même. Les granulats sont immergés 24h dans l'eau puis séchés jusqu'à atteindre un état saturé à surface sèche. Dans cet état, les pores accessibles des granulats sont saturés d'eau tandis que la surface des granulats est sèche. La valeur de l'absorption d'eau est calculée de la manière suivante :

$$W_a = \frac{M_{SSS} - M_s}{M_s}$$

avec W_a la valeur de l'absorption d'eau, M_{SSS} la masse de l'échantillon à l'état saturé à surface sèche et M_s la masse de l'échantillon à l'état sec.

Une étude qui a recensé les résultats de l'absorption d'eau de 236 publications entre 1977 et 2014 a constaté que la valeur moyenne de l'absorption des gravillons et des sables recyclés était respectivement de 4,7% et 9,5% tandis que celle des granulats naturels varie entre 1 et 5% [45,46]

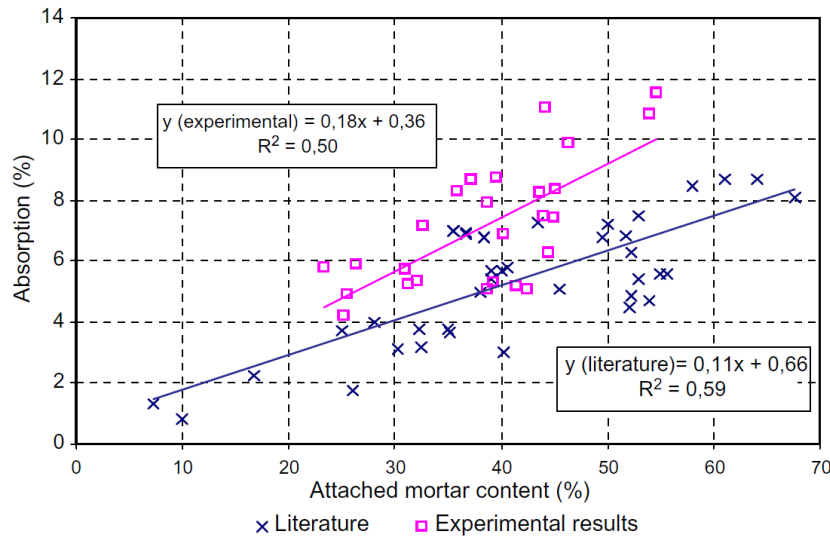


Figure 1. 2. Absorption des granulats de béton recyclés [46]

2.2.2. Masse volumique des GBR

La masse volumique réelle des granulats recyclés est inférieure à celle des granulats naturels qui s'explique par la présence de la pâte de ciment primaire plus poreuse et ayant une masse volumique plus faible. Plusieurs études ont montré la corrélation entre la quantité de mortier résiduel et la masse volumique comme le montre la Figure 1.3. En effet plus il y a de mortier primaire et plus la masse volumique est faible. La littérature a montré que les granulats recyclés ont une masse volumique située entre 2400 et 2500 kg/m³ tandis que celle des granulats naturels est d'environ 2750 kg/m³ [46–49].

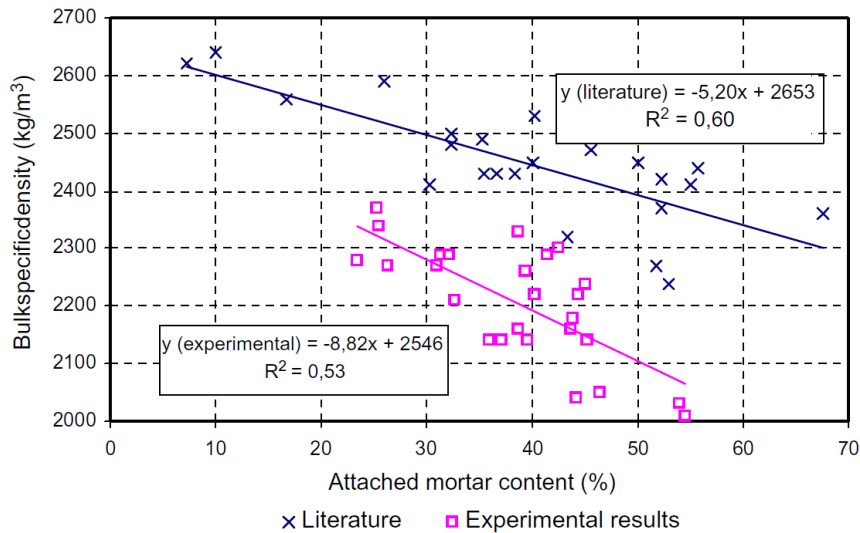


Figure 1. 3. Masse volumique des granulats de béton recyclés [46]

2.2.3. Caractéristiques mécaniques

L'essai Los Angeles (NF EN 1097-2 [50]) est l'essai principal utilisé afin de déterminer les caractéristiques mécaniques des granulats. Plus le coefficient de Los Angeles est élevé et moins le granulat est résistant [46,49]. La résistance mécanique des GBR dépend de son mortier primaire comme le montre la Figure 1.4. En effet, le mortier d'origine est fragile, ce qui induit une résistance à la fragmentation moins élevée que pour des granulats naturels. Cette résistance dépend également du béton d'origine et des conditions de cure. Des granulats recyclés issus d'un béton haute performance auront de meilleures résistances à la fragmentation que des granulats issus d'un béton ordinaire [51].

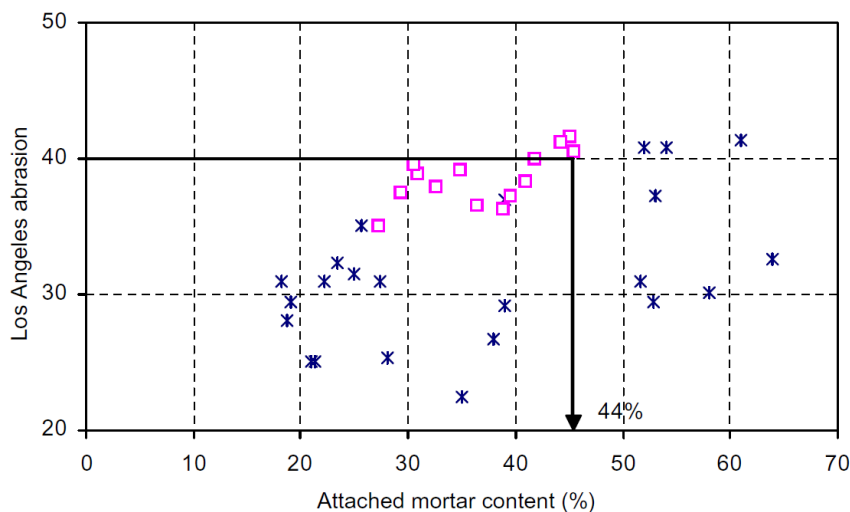


Figure 1. 4. Caractéristiques mécaniques des granulats de béton recyclés [46]

2.2.4. Contaminants dans les GBR

Les GBR peuvent être contaminés de plusieurs manières :

- Physique : la norme NF EN 933-11 [52] permet de déterminer les proportions massiques des différents constituants des granulats. Les différents constituants sont présentés dans le Tableau 1.5. Leurs proportions dépendent beaucoup de l'origine du gisement. Les GBR sont d'origine très diverse ce qui leur confère des propriétés très hétérogènes.

Tableau 1. 5. Constituants présents dans les granulats recyclés.

Constituant	Description
Rc	Béton, produits à base de béton, mortier et éléments de maçonnerie en béton
Ru	Graves non traitées, pierre naturelle et granulats traités aux liants hydrauliques
Rb	Éléments en terre cuite (les briques et les tuiles), éléments de maçonnerie en béton et béton cellulaire non-flottant
Ra	Matériaux bitumineux
Rg	Verre
X	Autres (matériaux cohérents, bois, plastique, métaux ferreux ou non, papier)
FL	Matériau flottant (exprimé en volume) contenu dans les granulats recyclés

- Chimique : par les sulfates solubles, les chlorures solubles et les alcalins solubles. Ces contaminants peuvent représenter plusieurs risques pour les matériaux dans lesquels les GBR sont introduits telles qu'une attaque sulfatique interne ou des réactions d'alcali-silice dans le cas du béton.

2.2.5. Propriétés chimiques et minéralogiques des GBR

Différents travaux de la littérature ont permis de déterminer la composition chimique par fluorescence X de plusieurs GBR. Les résultats montrent que les GBR sont principalement constitués de SiO₂ et CaO ainsi que de Al₂O₃ et Fe₂O₃ en quantité plus faible. On retrouve également une quantité non négligeable de sulfates qui provient de la pâte de ciment primaire[53].

La composition minéralogique déterminée par diffraction à rayon X a montré que le quartz et la calcite sont les composés majoritaires des GBR. La teneur en quartz s'explique par la présence de sable ou de gravillons quartzeux dans le béton d'origine tandis que la teneur en calcite s'explique par la carbonatation de la portlandite Ca(OH)_2 présente dans le béton d'origine. Hormis le quartz et la calcite, on peut trouver la présence de dolomite pour les carbonates et de micas et feldspaths K-Na tel que l'albite et le microcline pour les silicates [53]. Les sables et les gravillons de béton recyclé ont généralement une composition chimique et minéralogique assez proche à l'exception des sulfates et alcalis. Ces derniers sont retrouvés majoritairement dans les sables.

3. Utilisation des sédiments et des granulats recyclés issus de la déconstruction en technique routière

3.1. Généralités

La chaussée est une structure composée de plusieurs couches. Elle est constituée (Figure 1.5.):

- D'un sol support et d'une couche de forme qui protège le sol support du gel et qui permet la circulation des engins de chantier durant les travaux.
- D'une couche d'assise composée d'une couche de base et une couche de fondation qui constituent le corps de chaussée. Elles permettent de réceptionner les efforts du trafic afin de correctement les répartir sur la plate-forme (sol support +couche de forme).
- D'une couche de surface composée de la couche de roulement et éventuellement d'une couche de liaison. Elle a deux fonctions. L'une consiste à protéger le corps de la chaussée des infiltrations d'eau et l'autre à recevoir directement la pression des pneus de véhicule et à transmettre la pression au corps de la chaussée.

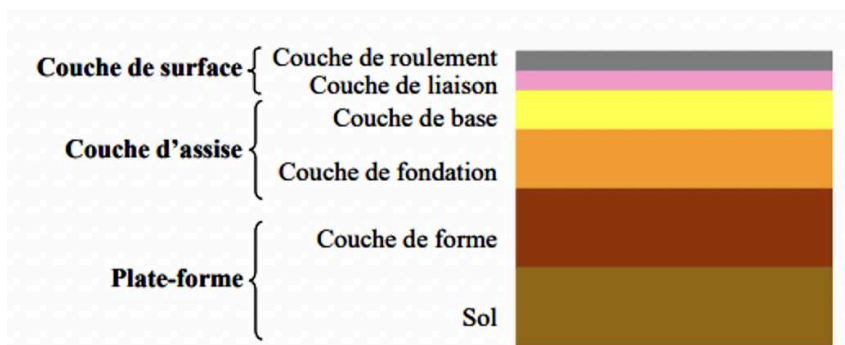


Figure 1. 5. Couche de chaussée

La valorisation de matériaux alternatifs tels que les sédiments et des granulats recyclés nécessite de s'assurer de l'innocuité de ces derniers. Il faut ainsi pouvoir garantir qu'il n'y a aucun risque pour la santé humaine et pour l'environnement.

En 2011, le guide SETRA [54] a été mis en place afin de juger de l'acceptabilité des matériaux alternatifs en technique routière puis une déclinaison relative aux matériaux de déconstruction a vu le jour en 2016. Selon le guide, un matériau alternatif est défini comme « tout matériau élaboré à partir d'un déchet et destiné à être utilisé, seul ou en mélange avec d'autres matériaux, alternatifs ou non, au sein d'un matériau routier ».

3.1.1. Domaine d'emploi

Dans le guide, on trouve trois types d'usages routiers :

- Usage routier de type 1 ou revêtu correspond aux usages d'au plus trois mètres de hauteur situé en sous-couche routière ou en accotement d'ouvrages routiers revêtus.

Cela concerne (Figure 1.6.) :

- La couche de forme ;
- La couche de fondation ;
- La couche de base et de liaison ;
- Les remblais sous ouvrage ;

Usages routiers "type 1"

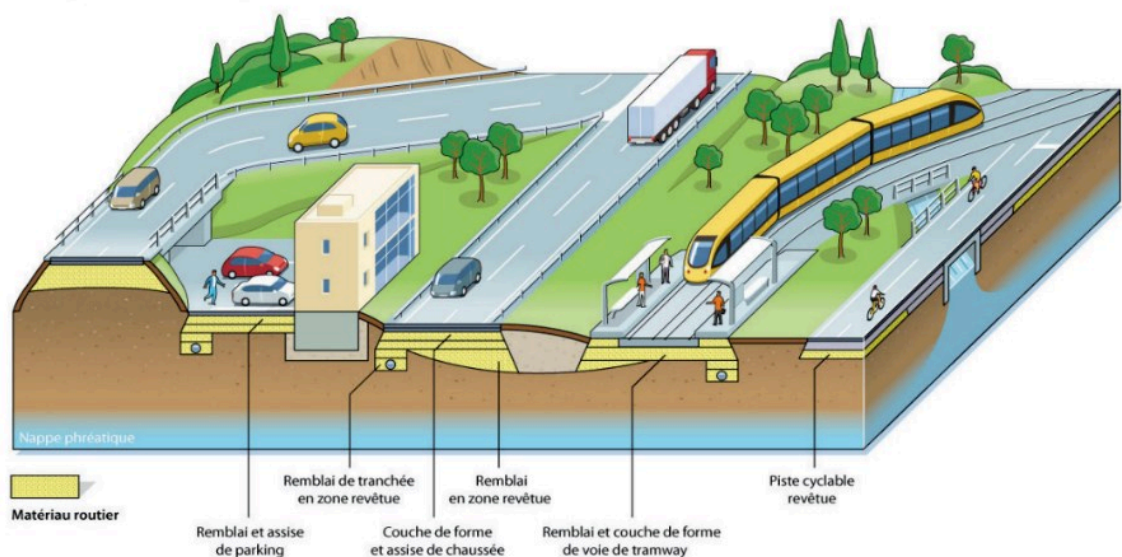


Figure 1. 6. Usage de "type 1"

- Usage routier de type 2 ou recouvert correspond (Figure 1.7.) aux usages d'au plus six mètres de hauteur en remblai technique connexe à l'infrastructure routière ou en accotement, dès lors qu'il s'agit d'usages au sein d'ouvrages routiers recouverts ;

Usages routiers "type 2"

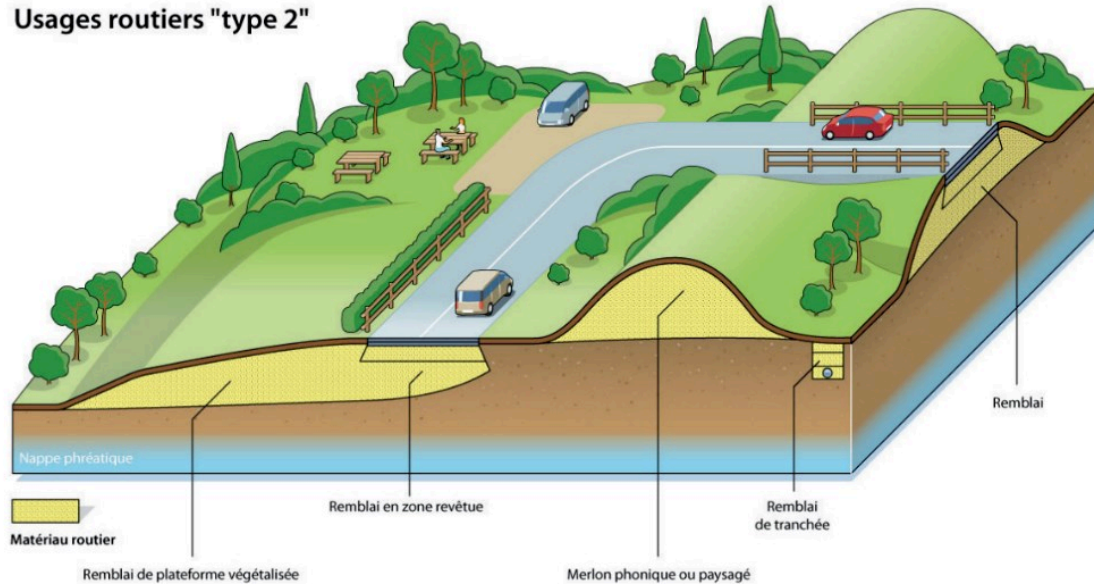


Figure 1. 7. Usage de "type 2"

- Usage routier de type 3 ou non revêtu correspond aux usages tels que montré) en Figure 1.8 :
 - Sous-couche de chaussée ou accotement, au sein d'ouvrages routiers revêtus ou non revêtus ;
 - Remblais techniques connexes à l'infrastructure routière ou en accotement, au sein d'ouvrages routiers recouverts ou non recouverts ;
 - En couche de roulement ;
 - Remblai de pré-chargement nécessaire à la construction d'une infrastructure routière ;
 - Système drainant (ex : tranchée ou éperon drainant, chaussée réservoir).

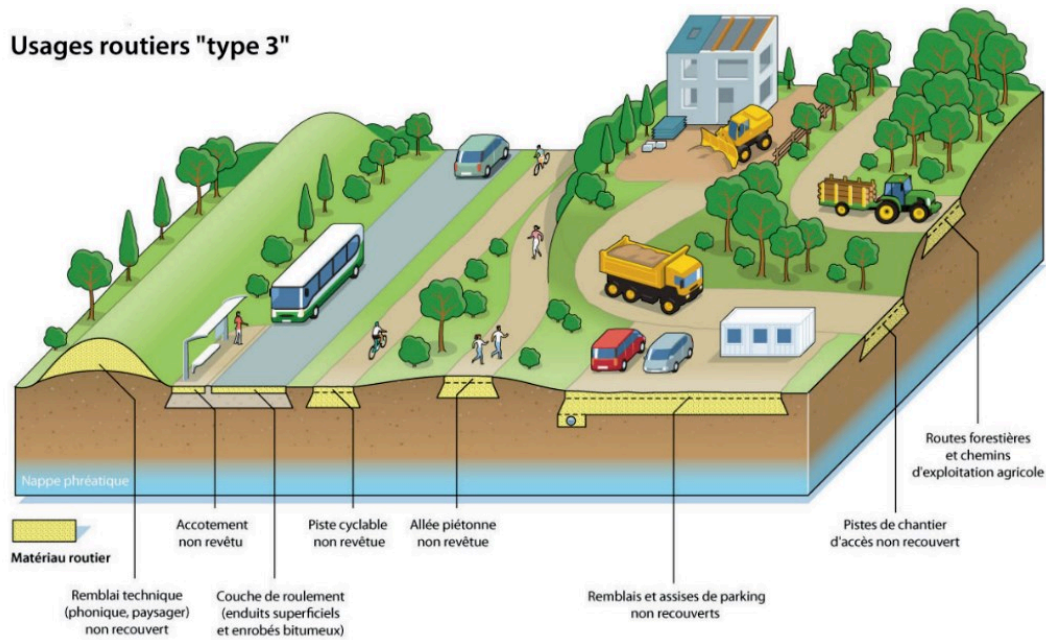


Figure 1. 8. Usage de "type 3"

3.1.2. Démarche de l'évaluation de l'acceptabilité en technique routière selon le guide SETRA.

La démarche de l'évaluation de l'acceptabilité en technique routière selon le guide est composée de 3 étapes qui comprennent :

- La description du déchet et de son gisement ;
- La description de l'usage envisagé et du matériau routier envisagé ;
- La caractérisation environnementale du matériau alternatif et du matériau routier.

L'objectif global de la dernière étape est de démontrer, pour l'usage routier envisagé, que les émissions des matériaux alternatifs et routiers sont compatibles avec le respect des objectifs de qualité des eaux retenues. Cette étape envisage trois niveaux d'investigation permettant, finalement, de graduer l'effort de démonstration en fonction du risque que présentent les matériaux concernés vis-à-vis de l'environnement. Dans le cas où le matériau routier est élaboré à partir d'un mélange faisant intervenir plusieurs matériaux alternatifs, l'étape 3 doit concerner chacun des matériaux alternatifs rentrant dans sa composition.

- Caractérisation niveau 1 : L'objectif de cette étape est de fournir des informations sur la variabilité et de justifier l'acceptabilité en technique routière des matériaux alternatifs et routiers sur la base d'essais de lixiviation et d'analyses en contenu total. Si les valeurs sont inférieures ou égales au seuil en lixiviation, l'acceptabilité est validée sinon il faut passer au niveau 2 ;

- Caractérisation niveau 2 : L'objectif de cette étape est de justifier l'acceptabilité en technique routière des matériaux alternatifs et routiers sur la base d'essais de percolation. De même que pour le niveau 1, si le niveau 2 n'est pas validé il faut passer au niveau 3 ;
- Caractérisation niveau 3 : Dans l'hypothèse où les niveaux de caractérisation environnementale précédents ne permettent pas de justifier l'acceptabilité en technique routière d'un matériau alternatif et/ou routier ou que les procédures ou les essais associés ne semblent pas être adaptés à la nature ou au comportement de ces matériaux, le présent guide méthodologique laisse la possibilité de justifier leur acceptabilité en technique routière sur la base d'une étude spécifique.

Les seuils de conformité en lixiviation (NF EN 12457-2 [55]) pour une utilisation en technique routière conformément au guide SETRA [54] sur l'acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs en technique routière sont présentés dans le Tableau 1.6. :

Tableau 1. 6. Seuil de lixiviation des matériaux alternatifs et granulats recyclés

	Valeur limite Usage Type 3 (Non revêtu)		Valeur limite Usage Type 2 (Recouvert)		Valeur limite Usage Type 1 (Revêtu)	
	Matériaux alternatifs	Granulats recyclés	Matériaux alternatifs	Granulats recyclés	Matériaux alternatifs	Granulats recyclés
Arsenic (mg/kg)	2	0,6	2	0,6	2	0,6
Baryum (mg/kg)	100	25	100	25	100	36
Cadmium (mg/kg)	1	0,05	1	0,05	1	0,05
Chrome total (mg/kg MS)	10	0,6	10	2	10	4
Cuivre (mg/kg)	50	3	50	5	50	10
Mercure (mg/kg)	0,2	0,01	0,2	0,01	0,2	0,01
Molybdène (mg/kg)	10	0,6	10	2,8	10	5,6
Nickel (mg/kg)	10	0,5	10	0,5	10	0,5
Plomb (mg/kg)	10	0,6	10	0,6	10	0,6
Antimoine (mg/kg)	0,7	0,08	0,7	0,3	0,7	0,6
Sélénium (mg/kg)	0,5	0,1	0,5	0,4	0,5	0,5
Zinc (mg/kg)	50	5	50	5	50	5
Fluorures (mg/kg)	150	13	150	30	150	60
Chlorures (mg/kg)	15 000	1000	15 000	5000	15 000	10 000
Sulfates (mg/kg)	20 000	1300	20 000	5000	20 000	10 000
Fraction soluble (mg/kg)	60 000		60 000		60 000	

Mesures sur éluât après lixiviation selon NF EN 12457-2 [55]

3.2. Méthodologie de valorisation des sédiments et des GBR en couche de forme

Les sédiments sont assimilés à des sols et leur utilisation en couche de forme se fait conformément au guide de terrassement routier (GTR,1992) [56] et le guide de traitement de sol (GTS,2000) [57].

Les granulats recyclés utilisés en technique routière sont appelés plus communément graves de déconstruction. Lorsque les caractéristiques géotechniques des graves permettent une assimilation en matériau de terrassement (remblais ou couches de forme), elles sont dénommées graves recyclées et si leurs caractéristiques géotechniques permettent une assimilation en granulat (couches d'assises de chaussées), elles sont appelées graves recyclées non traitées.

Il n'existe actuellement aucune norme encadrant l'usage des graves recyclés en technique routière. Cependant, on trouve des guides qui se basent sur des retours d'expériences et sur les normes de granulats naturels déjà existantes. Le Tableau 1.7. présente la classification proposée par l'IDDRIM dénommé « Classification et aide au choix des matériaux granulaires recyclés pour leurs usages routiers hors agrégats d'enrobés » ainsi que celle proposée par le CEREMA prénommée « Grave de valorisation, graves de déconstruction ».

Tableau 1. 7. Classification des granulats recyclés

Classification des graves naturelles	Classification des graves recyclées	
	Guide de l'IDDRIM	Guide du CEREMA
Norme NF 13285		
GNT1 (0/63)	GR0 (0/150)	GD0 (0/150)
	GR1 (0/80)	GD1 (0/80)
GNT2 (0/31,5)	GR2 (0/31,5)	GDNT1 (0/63)
GNT3 (0/20)	GR3 (0/20)	GDNT2 (0/31,5)
GNT4 (0/14)	GR4 (0/20)	GDNT3 (0/20)

Ces guides permettent de classer les granulats recyclés en fonction de leurs :

- Origine :
 - Mixte
 - Béton ;
- Constituants :
 - Rcug
 - Ra
 - X ;
- Physique :
 - Granulométrie

- Pourcentages fins
- VBS ;
- Mécanique :
 - Coefficient de Los Angeles
 - Coefficient de Micro-Deval.

Cette classification permet de savoir dans quelle application routière les graves peuvent être utilisées. Les graves GDO et GD1 (Tableau 1.8.) sont assimilées à des sols en référence à la norme NF P11-300 [58]. Leurs utilisations en remblai et couche de forme sont réalisées conformément au GTR [56] et GTS [57].

Tableau 1. 8. Classification des graves selon leurs caractéristiques principales

	Catégories Graves de Déconstruction				Catégories Graves de Déconstruction Non Traitées						
	Remblai et couche de forme				Remblai, couche de forme et couche d'assise de chaussée						
Désignation	GD 0		GD1		GDNT1		GDNT2		GDNT3		
Origine	M	B	M	B	M	B	M	B	M	B	
Granularité 0/D mm	0/D (D≤150)		0/80 (D≤80)		0/63		0/31,5		0/20		
% de fines (Tamisât à 0,063 mm)					UF12 ≤ 12% LF2 ≥ 2%						
VBS			≤ 0,1								
LA			≤ 45		≤ 45		≤ 40		≤ 35		
MDE			≤ 45		≤ 45		≤ 35		≤ 30		
LA +MDE					≤ 80		≤ 65		≤ 55		
Sulfates solubles	SS 0,7				SS 0,4						
Constituants (%)	Rcug					≥ 70	≥ 90	≥ 70	≥ 90	≥ 70	≥ 90
	Ra	≤ 40	≤ 5	≤ 40	≤ 5	≤ 30	≤ 5	≤ 30	≤ 5	≤ 30	≤ 5
	X	≤ 1%									
Note : UF teneur maximale en fines ; LF teneur minimale en fines ; M mixte ; B béton Rcug correspond à Rc + Ru + Rg											

3.2.1. Classification géotechnique

La détermination des paramètres physiques nous permet de réaliser une classification des matériaux selon le guide de terrassement routier (GTR,1992)[56].

Les sols peuvent être classés en quatre classes (Figure 1.9) :

- Classe A : sols fins,
- Classe B : sols sableux et graveleux avec fines,
- Classe C : sols comportant des fines et des gros éléments,
- Classe D : sols insensibles à l'eau,

La détermination de la granulométrie, de la valeur au bleu de méthylène et de l'indice de plasticité permet de classer les matériaux selon leur nature tandis que la teneur en eau naturelle, l'optimum Proctor normal et l'indice portant immédiat permettent de les classer selon leurs états hydriques.

Ces paramètres sont importants, car ils conditionnent les caractéristiques géotechniques à obtenir pour une utilisation en techniques routière.

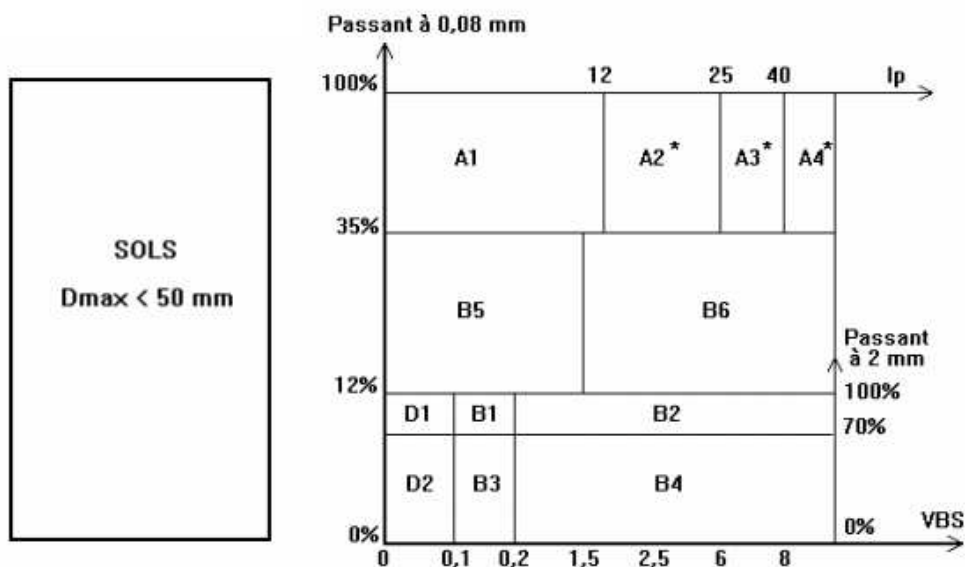


Figure 1.9. Classe de sol

3.2.2. Paramètre géotechnique pour une utilisation en couche de forme

Les caractéristiques géotechniques sont évaluées à partir de l'indice portant immédiat (IPI) (NF EN 13286-47)[59]. Ce paramètre permet d'étudier l'aptitude d'un sol ou d'un matériau élaboré à supporter la circulation des engins de chantiers. La mesure de ce paramètre est

réalisée à la suite de l'essai Proctor normal qui permet de déterminer la teneur en eau optimale pour une densité sèche maximale.

Le GTS [57] dicte les caractéristiques géotechniques minimales à obtenir pour une utilisation en couche de forme selon la classe des matériaux. L'IPI minimal à atteindre selon la classe de sol est présenté dans le Tableau 1.9.

Tableau 1. 9. IPI minimal selon la classe de matériau

Classes de matériaux	IPI minimal
A ₃ ; C ₁ A ₃	10
A ₂ ; C ₁ A ₂ ; B ₆ ; C ₁ B ₆	15
A ₁ ; B ₅ ; C ₁ B ₁ ; C ₁ B ₅	20
Autres classes	A fixer d'après l'expérience ou à déterminer à l'appui d'une étude spécifique

Traitement pour une utilisation en couche de forme

L'utilisation des sédiments en technique routière nécessite généralement l'utilisation de plusieurs traitements afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques. Ces traitements peuvent être :

- L'ajout de correcteur granulaire
- Le traitement à la chaux
- Le traitement aux liants hydrauliques.

(1) Ajout de correcteur granulaire

Comme le montrent plusieurs études, l'utilisation de correcteur granulaire permet d'augmenter la compacité en améliorant le squelette granulaire ayant ainsi pour conséquence d'améliorer les résistances mécaniques [8,31,60–62].

(2) Traitement par un liant hydraulique

Le liant hydraulique est constitué principalement de clinker qui lui est composé de 4 phases cristallines principales : les silicates tricalciques ou alite (C₃S), les silicates bicalciques ou bélite (C₂S), les aluminates tricalciques (C₃A) et les aluminosulfates tétracalciques (C₄AF) ou ferrite et quelques phases mineures telles que la chaux libre (CaO), les sulfates de sodium et de potassium. Au contact de l'eau contenue dans le sol, les principales phases du ciment

réagissent pour former des constituants hydratés. Les C₂S et C₃S forment des C-S-H et de la portlandite (Ca(OH)₂) tandis que les C₃A forment de l'ettringite en présence de gypse. Ces constituants hydratés permettent d'améliorer nettement les caractéristiques mécaniques des sols traités.

Tableau 1. 10. Notation des composés chimiques

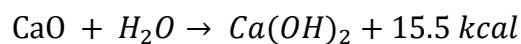
Composé chimique	Notation
CaO	C
SiO ₂	S
Al ₂ O ₃	A
Fe ₂ O ₃	F
SO ₃	Š
H ₂ O	H

(3) Traitement par la chaux

Pour le traitement des sols, on utilise généralement de la chaux vive qui provoque plusieurs réactions :

Modification de l'état hydrique :

Au contact de l'eau, la chaux vive s'hydrate pour donner de la chaux éteinte selon la réaction [63] :



Cette réaction, fortement exothermique, permet de diminuer significativement la teneur en eau des sols. La diminution totale de la teneur en eau est approximativement de 1% par pourcentage de chaux vive introduite.

Modification des propriétés géotechniques :

L'hydratation de la chaux fournit une quantité importante d'ions Ca²⁺ et OH⁻ qui modifie le champ électrique inter-particulaire. Ces particules s'agglomèrent ensuite en grains (floculation/agglomération). Les grains ainsi formés sont plus stables et peu sensibles à l'eau. La modification de la nature des grains solides entraîne une modification des propriétés géotechniques des sols argileux. On remarque généralement :

- Une réduction de l'indice de plasticité. Elle se traduit également par une augmentation de la limite de plasticité et une augmentation de la limite de liquidité ;
- Une baisse de la densité sèche à l'optimum Proctor et un décalage de la teneur en eau optimale (Figure 1-10.) ;
- Une augmentation de l'indice de portance immédiat (IPI) (Figure 1-10.).

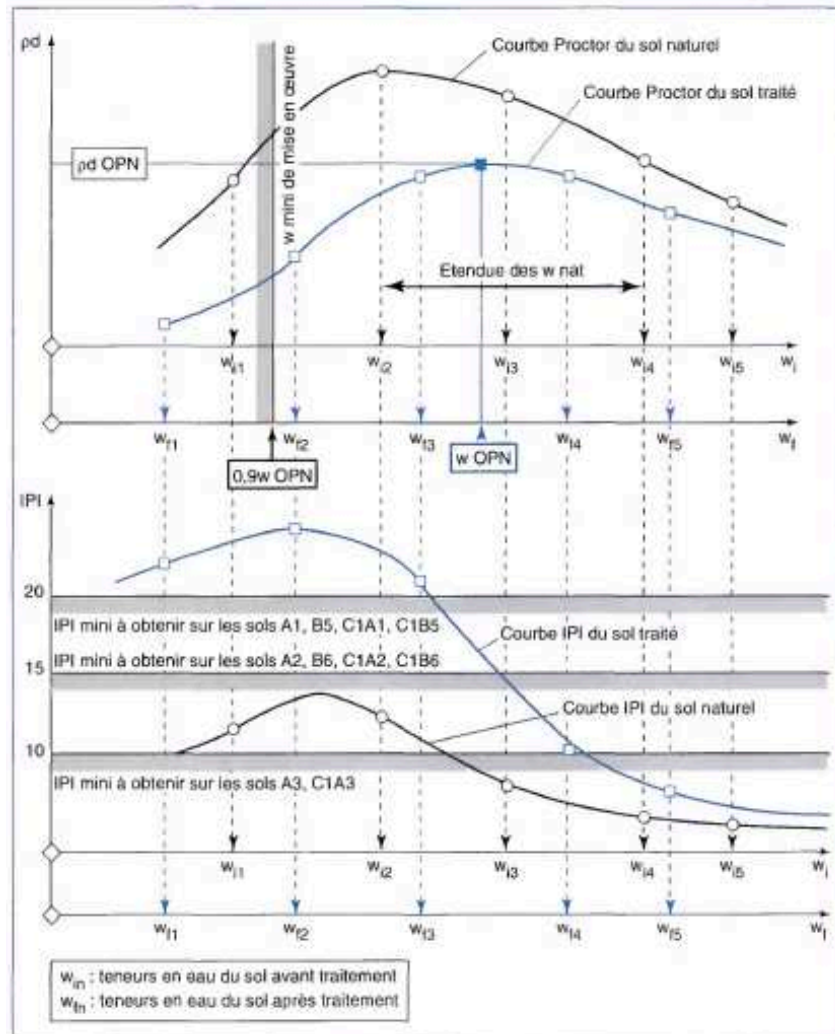


Figure 1. 10. Effet du traitement de sol [57]

Dans le cas où les caractéristiques géotechniques minimales présentées dans le tableau 3-5 ne sont pas atteintes, le GTS [57] fixe le traitement nécessaire en fonction de la classe de sol comme présenté dans le Tableau 1.11.

Tableau 1. 11. Modalités de traitement selon les classes de sols

Classes de sols	Modalités de traitement
A₁ ; B₅ ; C₁ A₁ ; C₁B₅ C₂A₁ ; C₂B₅	1 % CaO + 7 % C _{32,5}
A₂ ; B₆ ; C₁A₂ ; C₁A₂ ; C₁B₆ ; C₂A₂ ; C₂B₆	1,5 % CaO + 7 % C _{32,5}

3.2.3. Aptitude au traitement

L'essai d'aptitude au traitement, décrit dans la norme NF P94-100 [64], permet dans des conditions particulières et dans un délai relativement court de s'assurer de la stabilité dimensionnelle et du comportement mécanique envisagé en mesurant le gonflement volumique et la résistance à la traction indirecte. Les paramètres considérés dépendent du type du traitement utilisé comme présenté dans le Tableau 1.12.

Tableau 1. 12. Paramètres de l'aptitude au traitement [57]

Type de traitement	Aptitude du sol	Gonflement volumique (%)	Résistance en traction indirect (MPa)
Traitement avec un liant hydraulique éventuellement associé à la chaux	Adapté	≤ 5	≥ 0,2
	Douteux	5 < G _v ≤ 10	0,1 ≤ R _{it} ≤ 0,2
	Inapte	≥ 10	Paramètre non considéré pour ce type de traitement du fait de la lenteur de la prise pouzzolanique
Traitement à la chaux seul	Adapté	≤ 5	
	Douteux	5 < G _v ≤ 10	
	Inapte	≥ 10	

3.2.4. Performances mécaniques à long terme pour une utilisation en couche de forme

Pour une utilisation en couche de forme, le comportement mécanique du sol traité est évalué selon les critères suivants (Tableau 1.13) :

- L'âge autorisant la circulation sur la couche traitée ;
- La résistance à l'immersion au jeune âge ;
- La résistance au gel ;
- Les performances escomptables à long terme.

Tableau 1. 13. Caractéristiques mécaniques et critère de jugement [57]

Aspect du comportement du sol traité considéré	Caractéristiques mécaniques représentatives	Critère de jugement
Age autorisant la circulation sur la couche traitée	R_c à 7 j et R , à 28 j	La couche de forme peut être circulée dès que $R_c > 1$ MPa
Résistance à l'immersion au jeune âge	R_c après 28 j de cure normale, suivi de 32 j d'immersion totale dans de l'eau à 20 °C (R_{Ci}) R_c après 60 j de cure normale (R_{c60}),	La résistance d'immersion au jeune âge est jugée satisfaisante si : $\frac{R_{Ci}}{R_{c60}} \geq 0,80$ (Lorsque la VBS du sol est < 0,5) ou $\frac{R_{Ci}}{R_{c60}} \geq 0,60$ (Lorsque la VBS du sol est > 0,5)
Résistance au gel	R_t ou R_{tb} , mesurée à l'âge du sol traité correspondant à la date probable d'apparition du gel sur le chantier considéré	La résistance au gel est jugée satisfaisante si la R_{tb} à l'âge correspondant à la première apparition statistique possible, du gel est supérieur à 0,25 MPa
Performances escomptables à long terme	R_t ou R_{tb} et module élastique E mesurés à 28 et 90 j	Le couple (R_t , E) déterminé à 90 j conduit au moins à un matériau de classe mécanique 5 (Figure 1.12)

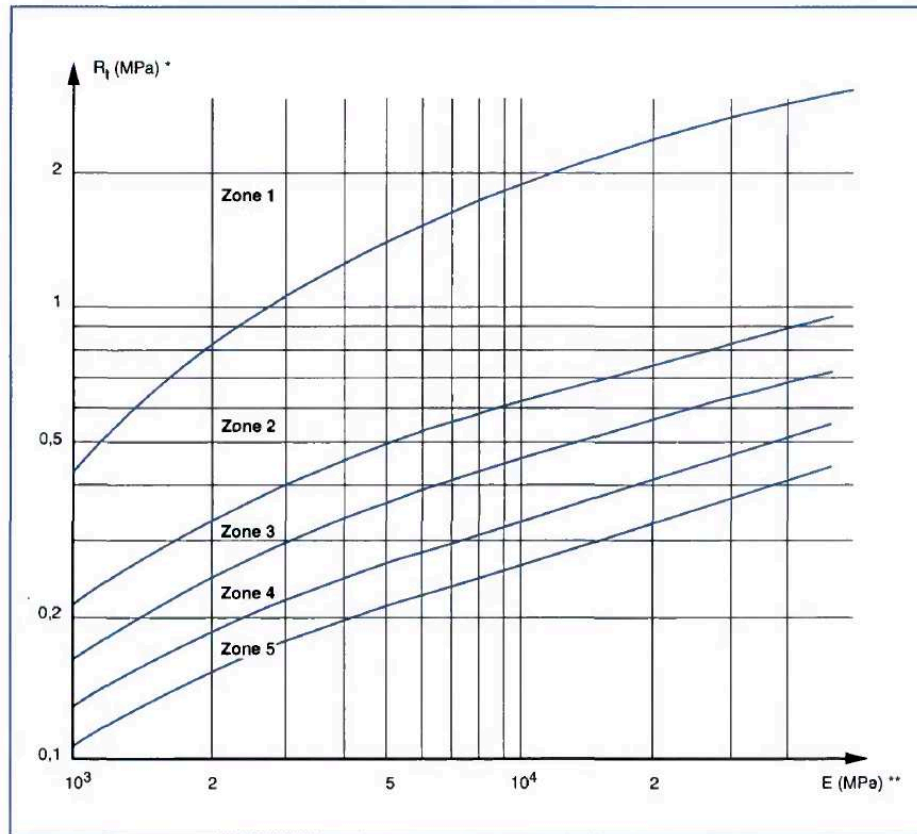


Figure 1. 11. Abaque performances escomptables à long terme [57]

4. Ciment

4.1. Définition

Le ciment est un liant hydraulique c'est-à-dire un matériau qui lorsqu'il est gâché avec de l'eau se forme et durcit par réaction chimique et par un processus d'hydratation et qui aussi capable de le faire sous l'eau. La France est aujourd'hui le 20^e producteur mondial et le premier en Europe de ciment avec une production de 18 Mt de ciment. Le constituant principal du ciment est le clinker qui résulte de la calcination à 1400°C de roche calcaire (80%) et d'argile (20%) que l'on appelle cru. Le clinker est composé majoritairement de 4 phases minérales :

- L'alite (C_3S),
- La bélite (C_2S),
- L'aluminate de calcium (C_3A),
- Ferro-aluminate de calcium (C_4AF).

Le Tableau 1.14. présente les teneurs de ces différentes phases dans le ciment ainsi que leurs formules chimiques [65].

Tableau 1. 14. Teneur des différentes phases minérales dans le ciment

Phase minérale	Nomenclature	Teneur minimal (wt%)	Teneur maximal (wt%)	Teneur moyenne (wt %)
Alite	C ₃ S	45,0	79,7	62
Bélite	C ₂ S	5,7	29,8	22
Tricalcium aluminate	C ₃ A	1,1	14,9	8
Alumino-tetracalcium ferrite	C ₄ AF	2,0	16,5	8

Après calcination, le cru est refroidi et des constituants secondaires peuvent être ajoutés tels que :

- Les laitiers de haut fourneau (S) qui sont un sous-produit de l'industrie sidérurgique lors de la fabrication de fonte,
- La fumée de silice (D) qui est un sous-produit de la production de silicium et d'alliage ferrosilicium,
- Les pouzzolanes naturelles (P) ou calcinées (Q) qui proviennent d'une roche naturelle qui est formée de projections basaltiques volcaniques,
- Cendres volantes siliceuses (V) ou calciques (C) qui sont un sous-produit de la combustion du charbon pulvérisé dans les chaudières des centrales thermiques.

Les types de ciments courants dépendent de la nature du composant (décrits au-dessus) et leur taux d'introduction dans la formulation. Les cinq types de ciments selon la norme NF EN 197-1 [66] sont présentés dans le Tableau 1.15.

Tableau 1. 15. Les différents types de ciments

NF EN 197-1	Types de ciment
CEM I	Ciment Portland
CEM II	Ciment Portland composé
CEM III[37]	Ciment de haut – fourneau
CEM IV	Ciment pouzzolanique
CEM V	Ciment composé

Le pourcentage massique de chacune des phases minérales présentes dans le clinker peut être estimé à l'aide de la formule Bogue [67] selon les équations suivantes :

$$C_3S = 4,0710 * CaO - 7,6024 * SiO_2 - 1,4297 * Fe_2O_3 - 6,7187 * Al_2O_3$$

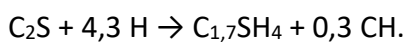
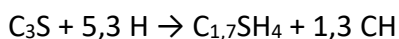
$$C_2S = 8,6024 * SiO_2 + 1,0785 * Fe_2O_3 + 5,0683 * Al_2O_3 - 3,0710 * CaO$$

$$C_3A = 2,6504 * Al_2O_3 - 1,69 * Fe_2O_3$$

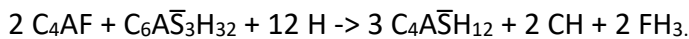
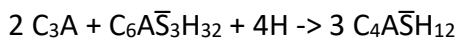
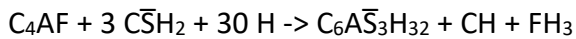
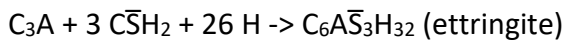
$$C_4AF = 3,0432 * Fe_2O_3.$$

4.2. Hydratation du ciment

Le ciment Portland est un liant hydraulique, c'est-à-dire qu'il réagit avec l'eau. Son hydratation est immédiate dès sa mise en contact avec l'eau. La pâte de ciment fait prise et durcit tout au long de l'hydratation. Cette hydratation se fait selon des processus très complexes faisant intervenir des mécanismes de dissolution et précipitation. Les différentes phases anhydres, qui composent le ciment, se dissolvent dans l'eau enrichissant ainsi la solution en calcium, silicium, sulfates et aluminium. Leur solubilité étant plus importante que celle des produits finaux, ils vont saturer la solution et conduire à la précipitation des hydrates. L'hydratation de l'alite (C_3S) et de la bélite (C_2S) conduit respectivement à la formation de deux produits : les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et la portlandite ($Ca(OH)_2$) selon des mécanismes très similaires. Les mécanismes de réaction sont les suivants [68] :



L'hydratation des C_3A et C_4AF est différente selon qu'il y a ou non du gypse. En l'absence de gypse, ces deux phases forment des hydrates cubiques de formule chimique C_3H_6 . La formation de cet hydrate est l'un des principaux responsables de la prise rapide du ciment. L'ajout de gypse en quantité suffisante va permettre d'éviter ce phénomène. Le gypse est un composé qui se dissout et qui conduit très rapidement à une solution saturée. Les ions calcium et aluminium vont réagir avec le gypse et permettre la précipitation de trisulfoaluminate de calcium hydraté ($C_6A\bar{S}_3H_{32}$) appelé ettringite (Aft). La quantité de gypse n'est généralement pas suffisante pour transformer tous les C_3A en ettringite. Ainsi, cette dernière est transformée en $C_4A\bar{S}H_{12}$ ou en monosulfoaluminate de calcium hydraté (Afm) selon les équations suivantes [68] :



L'hydratation du ciment conduit à la formation de plusieurs produits d'hydratation. Après quelque mois, la pâte de ciment est composée de [65,69] :

- 40-60% de C-S-H
- 15-20% de portlandite
- 10—20% d'ettringite et/ou de monosulfoaluminate de calcium hydraté
- 0-5% de composé mineurs
- 10-20% de pores.

4.3. Cinétique d'hydratation

Le processus d'hydratation du ciment est un procédé qui se fait en plusieurs étapes. La cinétique d'hydratation n'est pas la même selon les différentes phases du ciment comme le montre la Figure 1.12. En effet, les phases interstitielles, et notamment les C_3A réagissent dès la première minute de leur hydratation qui est liée à la réaction entre les C_3A et le gypse pour former l'ettringite. On observe ensuite un ralentissement de la réaction qui s'accompagne d'une diminution de la formation de l'ettringite due à la consommation gypse.

La réaction des C_3S après leur hydratation commence après quelques heures et permet de générer dans un premier temps les C-S-H puis la portlandite. Enfin, les C_2S réagissent et

permettent une augmentation sensible de la production de la quantité des C-S-H et de portlandite. Les C_2S ont une réaction qui commence qu'après quelques jours.

La chaleur d'hydratation est différente selon les différentes phases. L'hydratation des C_3A génère le plus de chaleur tandis que celle des silicates engendre beaucoup moins de chaleur. Les C_3S dégagent deux fois plus de chaleur que les C_2S . Malgré cette différence de dégagement de chaleur lors de l'hydratation, les C_3A ne contribuent que très peu au développement des résistances alors que les C_3S sont responsables du développement des résistances au jeune âge et les C_2S contribuent à celles à long terme.

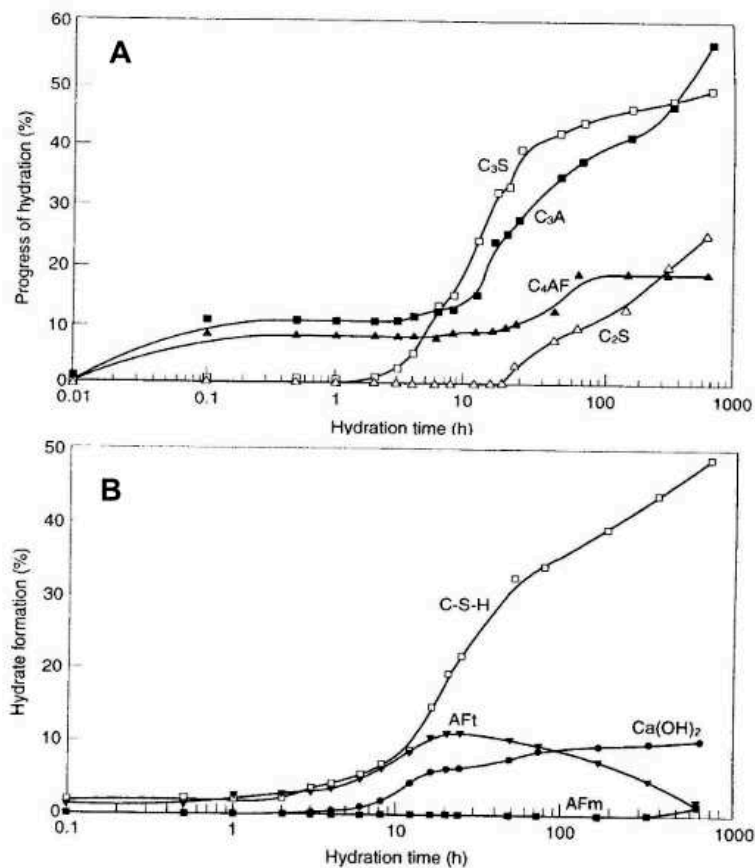


Figure 1. 12. Evolution des phases minérales et des hydrates au cours du temps lors de l'hydratation du ciment [69]

Ci-dessous sont présentées les différentes étapes de l'hydratation du ciment suivie par calorimétrie (Figure 1.13.) :

Etape I : Phase de pré-induction

La dissolution des C_3S et C_2S conduit à la précipitation des C-S-H et de l'ettringite. Ces hydrates vont recouvrir la surface des grains de ciment et vont agir comme une barrière qui va conduire à un ralentissement de l'hydratation de ces phases.

Etape II : Phase dormante (ou d'induction)

Pendant cette étape, la formation des C-S-H et de l'ettringite diminue et s'accompagne d'une diminution du flux de chaleur. La différence de potentiel entre la solution et les grains de ciment anhydres se réduit. La dissolution des phases devient de plus en plus limitée. On observe une augmentation de la concentration en ions Ca^{2+} et OH^- .

Etape III : Phase d'accélération

Les ions Ca^{2+} et OH^- saturent la solution ce qui provoque la précipitation de la portlandite $Ca(OH)_2$. La consommation de ces ions va permettre la dissolution des composants et la précipitation des C-S-H et d'ettringite. Durant cette période, les particules de ciment sont reliées entre elles grâce aux hydrates, on parle alors de « prise ».

Etape IV : Phase de décélération (ou de durcissement)

Cette étape débute après la fin de prise. La formation des C-S-H se poursuit, mais avec un mode de formation et une morphologie différente de celle de la phase d'accélération. En effet cette fois-ci; les C-S-H précipitent à l'intérieur de gangue formée au lieu de précipiter à la surface des grains anhydres du ciment.

On observe souvent un épaulement durant cette phase qui correspond à la transformation de l'ettringite en monosulfoaluminate (Afm) en se combinant avec les C_3A .

Etape V : Phase de ralentissement (ou de diffusion)

Durant cette phase, on constate un ralentissement du processus d'hydratation. La réaction d'hydratation est contrôlée uniquement par la diffusion lente des molécules d'eau à travers les couches d'hydrates afin d'hydrater les particules anhydres restantes.

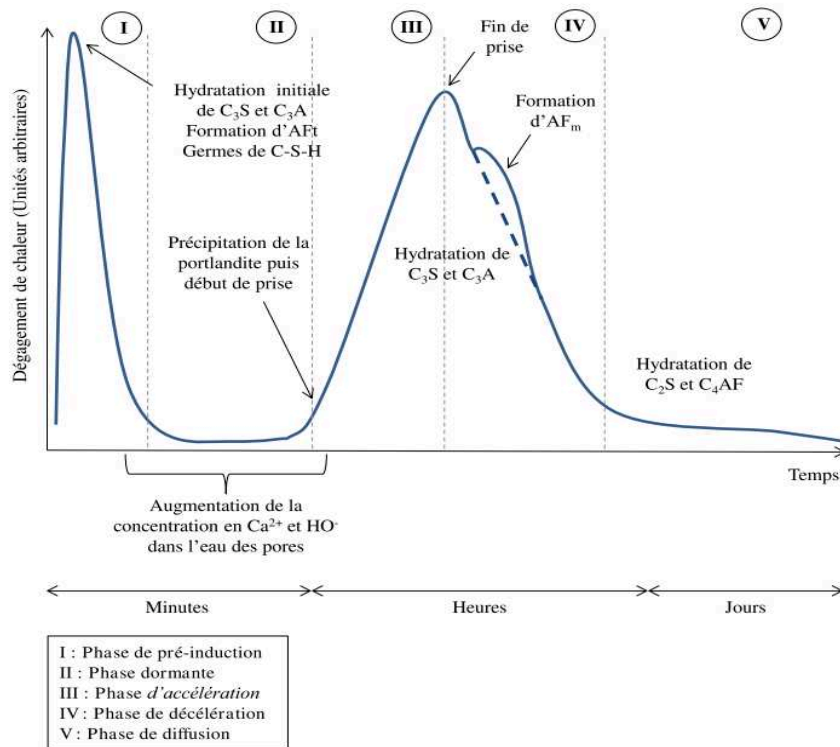


Figure 1. 13. Chaleur d'hydratation du ciment Portland [70]

4.4. Degré de l'hydratation du ciment

Le degré d'hydratation d'une matrice cimentaire est défini comme le rapport entre la quantité de ciment hydraté et celle du ciment anhydre initial. Parmi les méthodes pour déterminer la quantité de ciment hydraté on trouve :

- La méthode par quantification de la portlandite par analyse thermogravimétrie (ATG)
- La méthode par quantification de l'eau liée par analyse thermogravimétrie (ATG).

Méthode de quantification de la portlandite par l'analyse thermique ATG :

Cette méthode consiste à mesurer la quantité de portlandite formée lors de l'hydratation du ciment. En effet, la quantité de portlandite formée croît linéairement avec le degré d'hydratation. L'ATG permet de déterminer la masse de portlandite à l'aide d'une perte de masse correspondant à la déshydratation de la portlandite. Le degré de l'hydratation est calculé de la manière suivante :

$$\alpha(t) = \frac{m_{Ca(OH)_2}}{m_c, Y_0} \times 100$$

Avec :

$\alpha(t)$: Degré de l'hydratation du ciment à l'instant t,

$mCa(OH)_2$: Quantité de portlandite formée à l'instant t,

m_c : Masse du ciment à t=0,

Y_0 : Quantité de la portlandite formée pour l'hydratation complète du ciment. Elle dépend de la composition chimique et de la stœchiométrie des réactions d'hydratation,

La masse du ciment est calculée selon l'équation suivante :

$$m_c = \frac{m_{\text{échantillon}}}{\left(1 + \frac{E}{c}\right) \times (1 + PAF)}$$

Avec :

PAF : Perte au feu

La quantité de la portlandite mesurée à l'aide de l'analyse TGA peut être calculée selon l'équation suivant :

$$mCa(OH)_2 = WL_{CH} \times \frac{M(CH)}{M(H_2O)}$$

Avec :

$M(CH)$: masse molaire de la portlandite ($M(CH)=74 \text{ g.mol}^{-1}$)

$M(H_2O)$: masse molaire de l'eau ($M(H_2O)=18 \text{ g.mol}^{-1}$)

WL_{CH} : perte de masse de l'échantillon dans l'intervalle de déshydratation de la portlandite.

La détermination de l'intervalle de déshydroxylation de la portlandite a fait l'objet de plusieurs études dans lesquelles des plages de température ont été définies (Figure 1.14.). Cependant, il n'y a pas d'accord commun sur la plage de température de déshydroxylation de la portlandite.

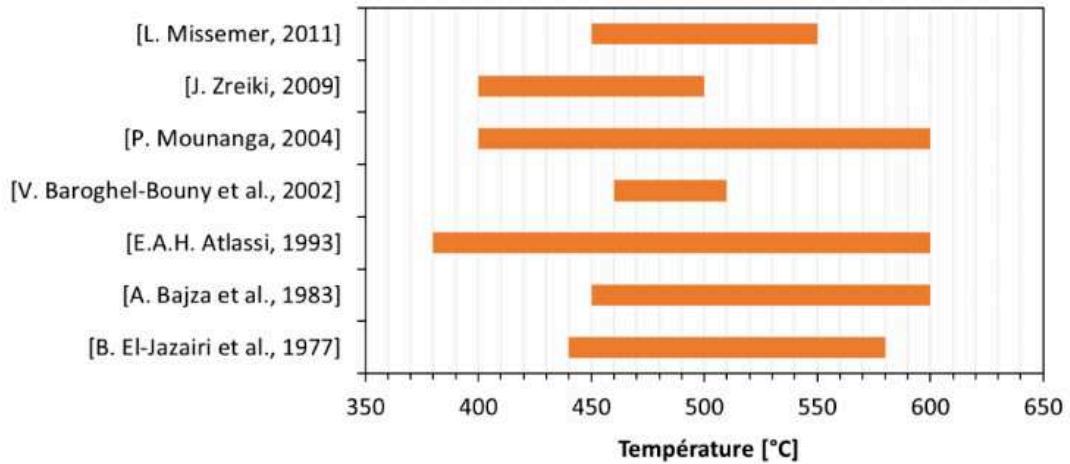


Figure 1. 14. Intervalles de température de la déshydroxylation de la portlandite selon différents auteurs [68]

On trouve également deux méthodes dans la littérature pour calculer la perte de masse :

Méthode de la tangente

Cette méthode (Figure 1.15.) repose sur un changement de pente de la courbe ATG qui correspond à la déshydroxylation de la portlandite. Elle consiste à tracer deux tangentes le long de la courbe ATG (en pointillé orange) et une ligne verticale sur le point d'inflexion de la courbe. Cette droite vient couper les tangentes en un point A et B. La perte de masse entre le point A et B correspond à la perte d'eau liée à la déshydroxylation de la portlandite.

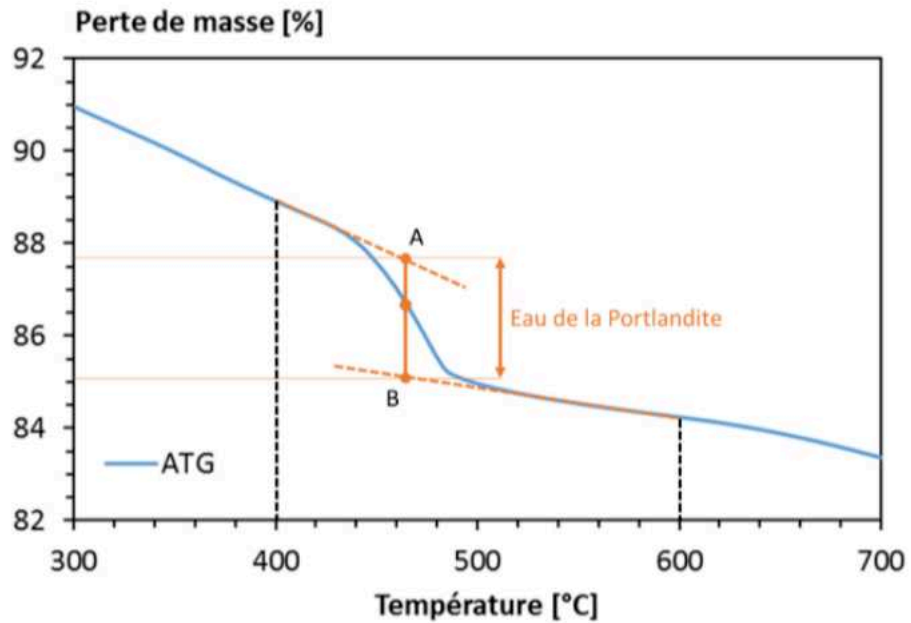


Figure 1. 15. Méthode des tangentes [68]

Méthode de la dérivée

Cette méthode (Figure 1.16.) utilise le dérivé de la courbe ATG afin de déterminer la perte d'eau liée à la déshydratation de la portlandite. Le principe repose sur la détermination de la température du début et de la fin du pic (A et B). La perte de masse entre la température du point A et celle du point B de la courbe ATG correspond à la déshydroxylation de la portlandite.

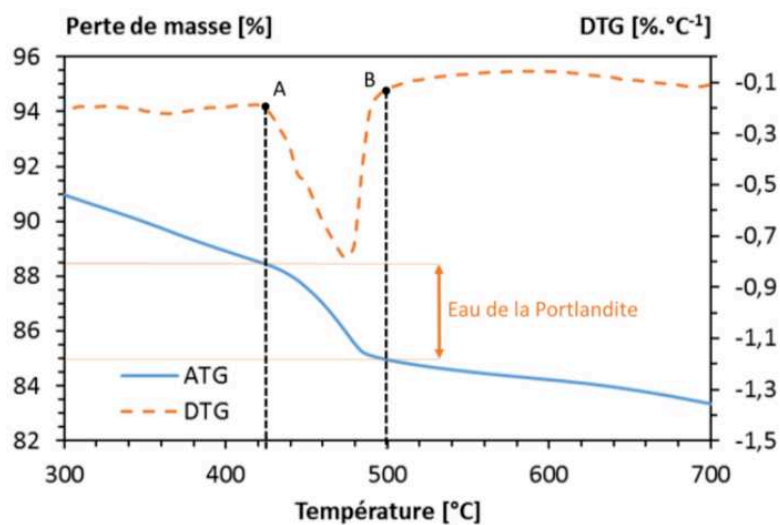


Figure 1. 16. Méthode de la dérivée [68]

Méthode de quantification de l'eau liée par l'analyse TGA

Cette méthode repose sur la détermination de l'eau liée aux hydrates. Le degré de l'hydratation est défini comme suit :

$$\alpha(t) = \frac{Wn(t)}{Wn(\infty)} * 100$$

Avec :

$\alpha(t)$: Degré de l'hydratation à l'instant t,

$Wn(t)$: Quantité d'eau liée chimiquement à l'échantillon à l'instant t,

$Wn(\infty)$: Quantité d'eau liée chimiquement lors de l'hydratation complète du ciment. Cette valeur dépend de la composition chimique du ciment.

Dans cette méthode la difficulté se trouve dans la détermination de plage de température correspondant à la perte d'eau liée chimiquement. En effet, il est difficile de différencier la transition entre la perte d'eau libre et celle liée chimiquement.

Afin de déterminer la valeur de $Wn(\infty)$, le national institute of standards and technology (NIST) fournit une estimation théorique approximative de la quantité d'eau liée produite pour les cinq principales phases minérales du ciment lors de l'hydratation complète du ciment (Tableau 1.16.).

Tableau 1. 16. Estimation de la quantité d'eau liée produite pour les cinq principales phases minérales

Phases	NIST coefficient
C ₃ S	0,24
C ₂ S	0,21
C ₃ A	0,4
C ₄ AF	0,37
Gypse	0
Cao libre	0,33

4.5. Modélisation de l'hydratation

La modélisation de l'hydratation peut être un outil crucial pour comprendre et appréhender le processus complexe qu'est l'hydratation. La modélisation numérique rend possible la

détermination de propriétés spécifiques d'un matériau à un temps donné sans avoir à effectuer des essais expérimentaux pour la plupart du temps longs et fastidieux.

Modèle d'hydratation

Une présentation succincte des différents modèles de simulation existants dans la littérature est faite afin de mieux comprendre le choix du modèle utilisé durant cette thèse. On distingue 4 familles de modèles :

- Modèles analytiques

- **Nucléation - Croissance**

Ce modèle permet de prendre en compte la vitesse de nucléation et de croissance des hydrates à l'aide de l'équation suivante [71] :

$$\frac{d\alpha}{dt} = G(t) \frac{dN(t)}{dt}$$

Avec :

$G(t)$: Vitesse de croissance à un temps t (en seconde) du système,

$\frac{dN(t)}{dt}$: Vitesse de nucléation à un temps t (en seconde) du système.

Afin de modéliser la nucléation et la croissance des hydrates, l'équation suivante de type Avrami est utilisée [72] :

$$\frac{d\alpha}{dt} = (1 - \alpha) * nkt^{(n-1)}$$

Les coefficients n , k doivent être ajustés expérimentalement,

- **Dispersion**

Ce modèle vise à prendre en compte l'effet de la finesse des particules du ciment sur la cinétique d'hydratation. L'hydratation peut être calculée selon cette équation [73] :

$$\alpha(r, t) = e^{\left(-\frac{r}{kt^n}\right)}$$

Avec :

r : Rayon moyen des particules du ciment

k : Coefficient à adapter expérimentalement.

➤ Diffusion ionique à travers les couches d'hydrates

Au cours de l'hydratation du ciment, les C-S-H recouvrent les grains de ciment, ce qui modifie le processus d'hydratation. La nucléation et la croissance des hydrates s'arrêtent et les ions qui diffusent à travers les différentes couches d'hydrates contrôlent alors l'hydratation. Fuji et al [74] proposent un modèle qui permet de prendre en compte la variation de la taille des particules anhydres qui composent le ciment :

$$-\frac{dr}{dt} = \frac{D}{r^D - r}$$

Avec :

r^D : Rayon des particules de ciment anhydre pour $t = t^D$,

D : Coefficient de diffusion ionique à travers les couches des hydrates.

Ce paramètre est important dans la diffusion des ions.

• Modèles semi-analytiques

Ce modèle permet de décrire l'hydratation des différentes phases du ciment en quantifiant le degré d'hydratation, la porosité accessible à l'eau et la teneur des hydrates. Le degré d'hydratation est déterminé de la manière suivante à l'aide de cette équation [75]:

$$\alpha(t) = \alpha_{C3S}(t) * [\%C3S] + \alpha_{C2S}(t) * [\%C2S] + \alpha_{C3A}(t) * [\%C3A] + \alpha_{C4AF}(t) * [\%C4AF]$$

Avec :

$\alpha(t)$: Degré d'hydratation du ciment à un instant t,

$\alpha_{C3S}(t)$, $\alpha_{C2S}(t)$, $\alpha_{C3A}(t)$ et $\alpha_{C4AF}(t)$: Degré de l'hydratation de C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF respectivement à un instant t,

$[\%C3S]$, $[\%C2S]$, $[\%C3A]$ et $[\%C4AF]$: Proportion massique initiale respective des phases C₃S, C₂S, C₃A et C₄AF calculées à partir de la formule de Bogue.

• Modèles thermodynamiques

Ce modèle se base sur l'état de la solution aqueuse au cours du temps, ce qui permet de prédire la composition de la solution interstitielle et la formation des hydrates [76]. Parmi les logiciels utilisant ce modèle, on trouve CHESS et HYTEC.

- Modèles associés au développement de la microstructure

Le principe de ce modèle consiste en une représentation géométrique du système pour calculer les principales propriétés physiques et mécaniques du matériau hydraté. Nous pouvons citer certains codes de calcul utilisant ce modèle tels que : HYMOSTRUC et CEMHYD3D.

➤ HYMOSTRUC

Ce modèle développé par Breugel [77] peut simuler le développement des propriétés du ciment Portland comme le développement de l'hydratation et de la microstructure et les changements de volume des pâtes de ciment durcissant. Ce modèle permet la modélisation du développement de la microstructure de l'hydratation du ciment avec comme donnée d'entrée :

- La granulométrie du ciment,
- La Composition chimique
- Le rapport E/C.

➤ CEMHYD3D

Ce modèle a été développé par Bentz [78] et permet de simuler le développement de la microstructure et de l'hydratation du ciment avec une approche géométrique tridimensionnelle. Ce modèle est composé de voxels qui sont des volumiques cubiques de $1\mu\text{m}$ de côté et dont chaque voxel correspond à une phase solide du ciment telle que les C_3S , C_2S , C-S-H, liquide ou un vide. Les données d'entrée sont :

- La granulométrie du ciment
- Le rapport E/C
- La masse volumique des constituants
- La composition chimique des constituants.

A partir de ces données, une simulation modélise la microstructure de manière incrémentielle dans le but de simuler le développement de la microstructure et permet l'introduction des hydrates tels que les C-S-H, la portlandite et l'ettringite.

Pour y arriver, trois étapes sont nécessaires :

- La création d'une matrice dont les composants monophasiques de clinker et des additions (gypse, filler, etc,) sont placés de manière aléatoire. Cette matrice est

créée à partir des données d'entrée vues précédemment et obtenues expérimentalement,

- La répartition aléatoire des différentes phases du ciment dans les particules du clinker afin qu'elles deviennent multiphasiques. Elles seront alors composées de C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF (Figure 1.17.).

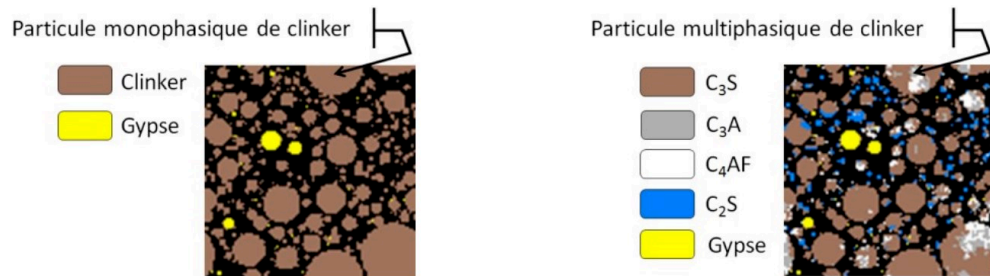


Figure 1. 17. Répartition des différentes phases du ciment [68]

- La génération d'une microstructure et l'exécution de son hydratation sous forme de cycle de dissolution, diffusion et précipitation. Ceci permet l'introduction des hydrates. L'hydratation s'arrête après un certain nombre de cycles défini par l'utilisateur

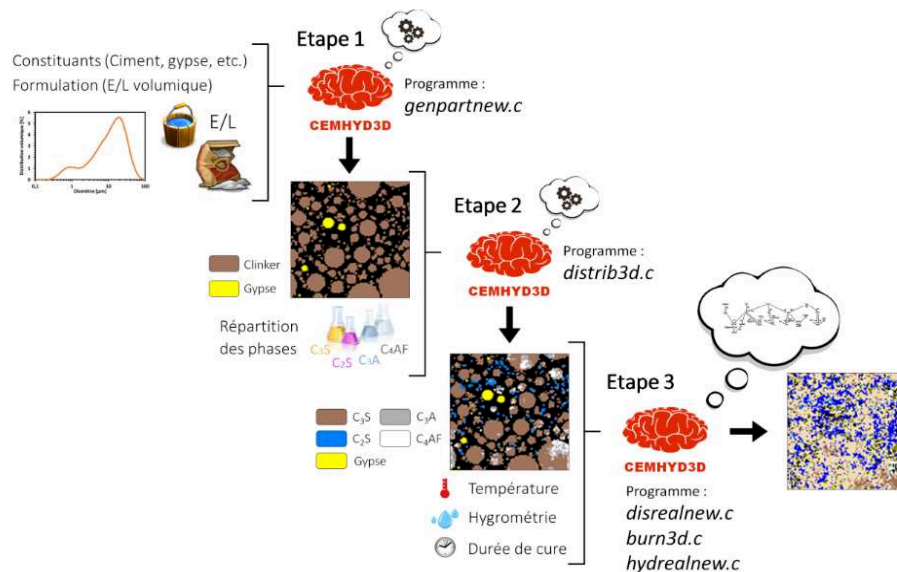


Figure 1. 18. Les différentes étapes du processus de modélisation de l'hydratation dans le code CEMHYD3D [68]

5. Utilisation des fines de GBR en tant qu'addition minérale sans prétraitement dans le ciment

Les travaux existants sur la valorisation des fines de GBR utilisent pour la plupart un prétraitement thermique afin de les rendre réactives en présence d'eau. Toutefois, ce traitement est coûteux, car il nécessite le broyage ou le tamisage des matériaux puis un

traitement par la chaleur. Dans cette partie, nous allons nous concentrer sur les travaux qui ont valorisé les fines de GBR sans prétraitement.

Florea et al [79] ont mené une étude visant à quantifier la proportion de poudre de pâte de ciment et de poudre de granulat dans les fines issues de GBR. Florea et al ont constaté que pour une granulométrie en dessous de 80 μm , plus de 70% des constituants des fines étaient de la poudre de pâte de ciment, elle-même constituée essentiellement d'hydrates et de clinker anhydre.

La majorité des travaux sont basés sur des bétons créés en laboratoire afin de maîtriser la composition exacte. Notamment, Nelfia et al [80] ont travaillé avec des fines issues d'un béton réalisé en laboratoire avec un E/C=0,45 (FN1) et conservé pendant 8 ans en salle humide et des fines issues d'un béton provenant d'une plate-forme de recyclage composé majoritairement de béton et de pierre naturelle (FN2). Dans les deux cas, le béton d'origine a été broyé à 80 μm . Le but de ces travaux était de voir l'influence des fines recyclées sur les caractéristiques mécaniques des mortiers et de déterminer leur réactivité. Pour cela, plusieurs mortiers ont été réalisés avec différents pourcentages de fines recyclées FN1 et FN2. Comme pour les mortiers à base de fillers calcaires comme base de comparaison, les résultats ont montré que les fines recyclées tendent à diminuer les résistances à la compression des mortiers. Cependant, comme le montre la Figure 1.19., le comportement mécanique des mortiers incorporant des fines recyclées est similaire au mortier contenant du filler calcaire. Ce comportement peut s'expliquer par la teneur élevée des fines recyclées en calcaire.

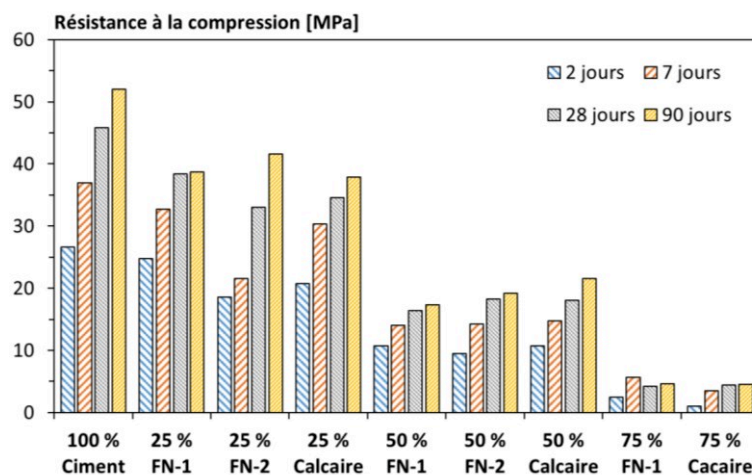


Figure 1. 19.. Résistance à la compression des mortiers incorporant des fines recyclées [68]

Bordy et al [68] ont travaillé sur des fines recyclées issues d'un béton confectionné en laboratoire avec un $E/C=0,3$ afin de conserver une partie de ciment anhydre. Le but de ces travaux était d'étudier l'influence de cette partie anhydre sur les résistances mécaniques des mortiers et sur la chaleur d'hydratation. Pour cela, plusieurs mortiers ont été réalisés avec des pourcentages allant de 10 à 100% de fines recyclées. La Figure 1.20. montre que le mortier avec 100% de fines de GBR dégage de la chaleur en raison du clinker résiduel de la phase anhydre. On remarque également que plus il y a de fines de GBR, plus le temps pour atteindre la température maximale est long et moins la chaleur maximale est élevée. Quant au temps plus long, cela peut s'expliquer par la durée de diffusion de l'eau à travers les couches d'hydrates afin d'atteindre le ciment anhydre résiduel contenu dans les fines recyclées.

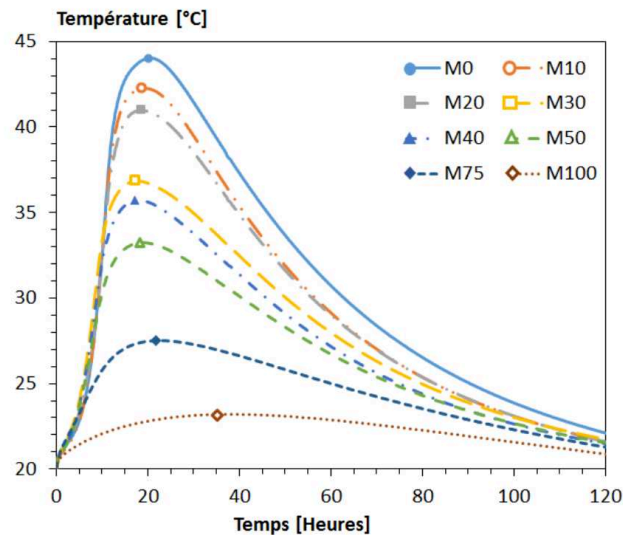


Figure 1. 20. Chaleurs d'hydratation des mortiers incorporant des fines recyclées [68]

Les résultats des résistances à la compression (Figure 1.21.) ont montré une diminution des résistances avec l'incorporation des fines qui s'explique par l'effet de dilution, ce qui conduit à une augmentation de la porosité totale. Cependant, on observe que les mortiers contenant 100% de fines affichent des résistances à la compression à 90 jours de 8 MPa. Ces caractéristiques mécaniques sont apportées par l'hydratation de la phase anhydre qui permet la précipitation d'hydrates.

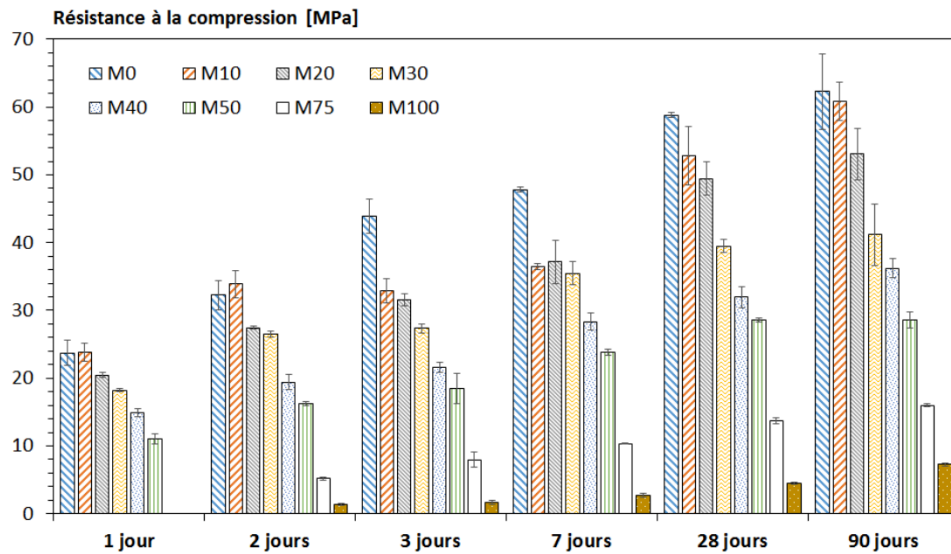


Figure 1. 21. Résistance à la compression des mortiers incorporant des fines recyclées [68]

Les études présentées précédemment ont utilisé les fines recyclées sans prendre en compte l'absorption d'eau des fines. Bouarroudj et al [81] ont comparé des mortiers fabriqués à l'aide de fines recyclées avec ceux réalisés avec du filler calcaire (LF), mais cette fois-ci en prenant en compte l'absorption d'eau. Ils ont montré que les fines recyclées et le LF accélèrent tous deux l'hydratation du ciment. De plus, lors de l'utilisation de fines recyclées, l'eau présente dans la pâte (eau effective) n'est pas la même que celle disponible pour l'hydratation du ciment en raison de l'absorption d'une partie de l'eau par les particules fines. L'utilisation d'une porosité totale constante permet d'obtenir des résistances mécaniques équivalentes entre les mélanges fabriqués avec le LF et les fines recyclées. Cependant, une moins bonne ouvrabilité est obtenue pour les mélanges avec les fines recyclées. Si l'absorption d'eau est prise en considération lors de la substitution du ciment, la maniabilité augmente et la résistance mécanique diminue. La diminution de la résistance mécanique est causée par la porosité présente dans les fines recyclées. En effet, la porosité néoformée de la pâte contenant le LF et les fines recyclées est identique, mais la porosité totale des mélanges contenant les fines recyclées augmente en raison de la porosité de l'addition minérale, ce qui fait diminuer la résistance à la compression. Cela signifie en outre que, lors de l'utilisation de ces fines recyclées dans la production de mortier ou de béton, l'eau de gâchage doit inclure l'eau effective (l'eau nécessaire à l'hydratation du ciment) et l'eau absorbée par les granulats et les fines recyclées.

6. Utilisation du sable recyclé dans les matrices cimentaires

Lors de la fabrication des granulats recyclés, le sable recyclé représente une très grande proportion. L'utilisation du sable recyclé dans la matrice cimentaire reste cependant très peu utilisée pour cause une demande eau assez importante de sa partie fine qui influence le comportement des matrices cimentaires à l'état frais (maniabilité par exemple) et durci (résistance mécanique) et d'une production hétérogène.

6.1. Influence du sable recyclé à l'état frais

L'incorporation du sable recyclé dans une matrice cimentaire peut modifier son comportement à l'état frais.

Ces propriétés peuvent être améliorées de différentes manières [82–86] :

- En augmentant le rapport E/C, mais cela peut exercer une influence sur les propriétés du béton durci ;
- Par l'utilisation de superplastifiants. Cependant cette méthode est assez coûteuse.

L'état de saturation du sable recyclé joue un rôle important dans la maniabilité des matrices cimentaire. Plusieurs études [83,87] montrent que l'affaissement obtenu pour les matrices cimentaires incorporant des agrégats secs ont un affaissement toujours supérieur à ceux contenant des granulats saturés pour une eau totale constante et cela peu importe le rapport E/C. Cela s'explique par le fait que dans les mélanges contenant des sables saturés, l'eau absorbée est piégée dans les particules du sable et n'est pas disponible pour améliorer la maniabilité au début du mélange. A l'inverse, ceux incorporant du sable sec contiennent l'eau destinée à l'absorption du sable recyclé en plus de l'eau efficace nécessaire à l'hydratation du ciment. Ceci rend cette eau disponible pour l'amélioration de l'ouvrabilité, car cette eau n'est pas immédiatement absorbée par le sable recyclé [88,89].

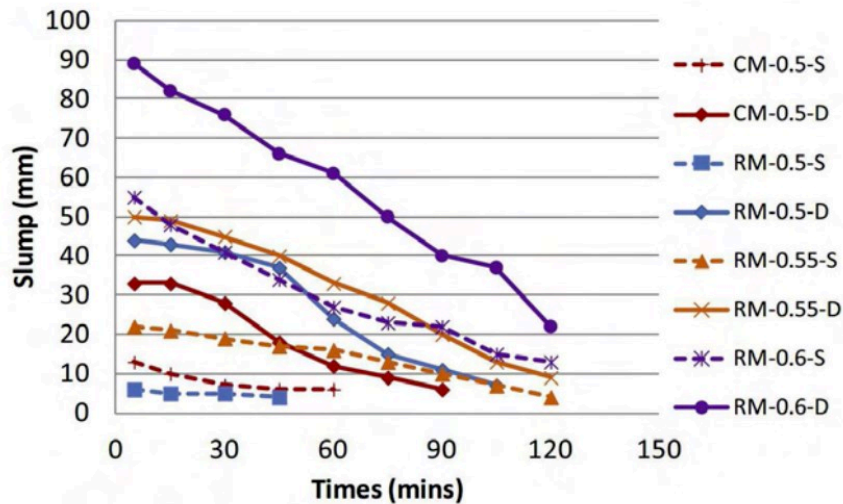


Figure 1. 22. Affaissement en fonction du temps de mortier incorporant du sable recyclé avec un E/C et état de saturation différent (avec S : saturé et D : sec) [87]

6.2. Influence du sable recyclé à l'état durci

Les caractéristiques à l'état durci des matériaux cimentaires incorporant du sable recyclé dépendent essentiellement du rapport E_{eff}/C , du type de ciment, de la nature, de la qualité des granulats et des conditions de cures. Le taux de remplacement des granulats naturels ainsi que l'état hydrique du sable recyclé jouent également un rôle très important,

Taux de remplacement par le sable recyclé.

Les différents travaux montrent que la résistance à la compression des matrices cimentaires chute avec l'augmentation du taux de remplacement par le sable recyclé. On observe une diminution des performances mécaniques peu significative jusqu'à une substitution de 30 % en masse [90,91] tandis qu'une perte de résistance mécanique de plus de 30% pour un remplacement de 100% en masse [92]. Ceci peut s'expliquer par la moins bonne résistance des granulats recyclés par rapport aux granulats naturels en raison de la présence de pâte de ciment sur les granulats recyclés.

Etat hydrique du sable recyclé

L'état hydrique du sable recyclé est un paramètre qui joue un rôle important sur les résistances mécaniques., Zhao et al [87] ont étudié l'influence de l'état hydrique du sable recyclé sur les résistances mécaniques des mortiers. Le sable recyclé était dans deux états hydriques différents, sec et saturé et avait une granulométrie de 0/5mm, l'état hydrique saturé a été obtenu après une présaturation de 24h avant le malaxage. Trois rapports E_{eff}/C ont été étudiés (0,5 ; 0,55 et 0,6). Pour chacun des rapports, l'eau totale est constante,

Les résultats (Tableau 1.17.) montrent que les résistances mécaniques des mortiers fabriqués avec un sable recyclé sec ont de meilleures performances que ceux fabriqués avec le sable recyclé à état saturé. Cette différence peut être attribuée au micro-ressuage du mortier lors de sa mise en place. En effet, l'eau absorbée par le sable recyclé à état saturé se déplacerait vers la pâte de ciment, ce qui augmenterait le rapport E_{eff}/C . Cela a pour effet de rendre plus faible la liaison entre la matrice cimentaire et les granulats.

Tableau 1. 17. Résistance mécanique en fonction de l'état de saturation des GBR

Résistance	CM- 0,50-S	CM- 0,50-D	RM- 0,50-S	RM- 0,50-D	RM- 0,55-S	RM- 0,55-D	RM- 0,60-S	RM- 0,60-D
En flexion (MPa)	11,97	12,15	8,76	8,78	8,10	8,15	7,72	7,80
A la compression (MPa)	66,75	72,00	45,22	49,84	43,01	45,34	41,96	43,76

7. Conclusion du chapitre

Cette partie a permis de mettre en évidence la problématique des sédiments et des granulats de béton recyclés.

D'une part, les sédiments provenant des opérations de dragage engendrent une grande quantité de matériaux dont la gestion pose un problème. Cette difficulté est principalement liée à leur teneur en eau, leur granulométrie, leur composition minérale et chimique, la présence de matière organique et de contaminants. Les différentes études ont montré que les sédiments peuvent être valorisés dans différentes filières du génie civil telles que la technique routière, les mortiers, les bétons, les granulats artificiels. Cependant ils nécessitent souvent des traitements tels que le séchage, le broyage, l'élimination de contaminants organiques ou polluants métalliques, l'utilisation de correcteurs granulaire ou de liant hydraulique afin de pouvoir être utilisés et ne peuvent être utilisés qu'à un faible pourcentage. D'autre part, de grandes quantités de granulats de béton recyclé sont produites chaque année et peuvent constituer une ressource alternative aux granulats naturels. Ces granulats possèdent une pâte de ciment attaché aux granulats naturels qui entraîne une augmentation

de la porosité, de l'absorption d'eau et d'une diminution de la masse volumique et des résistances mécaniques des granulats. Ils sont aujourd'hui principalement utilisés en technique routière où les normes sont moins exigeantes que dans les autres applications, car leurs utilisations ne posent que très peu de problèmes. Lorsqu'ils sont assimilés aux matériaux de terrassement, ils sont utilisés conformément au Guide de Terrassement Routier. Le problème se pose lorsqu'ils sont valorisés dans les matrices cimentaires. La partie fine est délicate. Les études indiquent que l'incorporation des granulats de béton recyclés modifie les propriétés du béton, notamment l'ouvrabilité, la résistance à la compression et la durabilité. On peut constater que la réutilisation de la fraction fine des granulats béton recyclés est encore plus difficile que la partie grossière en raison de son absorption d'eau très élevée. Celle-ci peut exercer une influence directe sur la durabilité des mortiers ou des bétons. Les influences sur les propriétés sont également différentes en fonction du taux de substitution, de la qualité et de l'origine des granulats fins.

La covalorisation des sédiments et des granulats de béton recyclés en technique routière permettrait d'avoir un matériau constitué à 100% de matériaux recyclés et permettant la gestion de deux déchets tout en diminuant la consommation des granulats. Cette solution n'a jamais été étudiée auparavant et pourrait constituer une solution innovante à la gestion de ces déchets.

L'utilisation des fines recyclées en tant qu'additions minérales dans le ciment pourrait diminuer l'utilisation du clinker qui est responsable de grande émission de gaz à effet de serre et constituer une alternative à d'autres additions minérales tel que le filler calcaire.

La covalorisation des sédiments et granulats de béton recyclés dans les matrices cimentaires tels que les mortiers ou le béton pourrait constituer une solution à la forte demande en eau des granulats de béton recyclés. La forte teneur en eau des sédiments pourrait combler cette dernière ce qui permettrait d'utiliser des sédiments à forte teneur en eau et donc diminuer le temps de séchage et par conséquent le coût.

De manière générale, la gestion de ces deux matériaux constitue des enjeux technique, économique, sociétal et environnemental.

Chapitre 2 : VALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DES GRANULATS DE BETON RECYCLES EN COUCHE DE FORME	65
1. Résumé général de l'article	65
1.1. Introduction.....	65
1.2. Matériaux	65
1.3. Méthode.....	65
1.4. Résultats et discussion	66
1.5. Conclusion	67
2. Abstract	69
3. Introduction.....	70
4. Materials and Methods	72
4.1. Marine Dredged Sediments (SED)	72
4.2. Recycled Concrete Aggregate (RCA)	72
4.3. Material Characterization.....	73
4.3.1. Physical Characterization.....	73
4.3.2. Mineralogical Characterization	74
4.4. Hydraulic Binder and Quicklime.....	74
4.5. Methods	75
4.5.1. Mix Design	75
4.5.2. Geotechnical Classification.....	76
4.5.3. Mechanical Behavior.....	76
4.5.4. Treatment Suitability	77
4.5.5. Leaching Test.....	78
5. Results and Discussion.....	79
5.1. Leaching Tests.....	79
5.2. Physical and Geotechnical Characterization of Non-Treated and Treated Mixes	80
5.3. Designed Material Sustainability	82
5.4. Mechanical Behavior	83
5.5. Environmental Assessment of Designed Materials	86
6. Conclusion	87

Chapitre 2 : VALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DES GRANULATS DE BETON RECYCLES EN COUCHE DE FORME

1. Résumé général de l'article

1.1. Introduction

Aujourd'hui, les enjeux environnementaux liés à la gestion des ressources naturelles sont considérés comme majeurs et prioritaires par nature (COP). La nécessité de trouver des solutions alternatives, notamment par la mise en œuvre de concepts d'économie circulaire et l'adoption de nouveaux modèles économiques, est plus que nécessaire. Dans cette perspective, la substitution des matériaux naturels par des matériaux alternatifs se présente comme une solution intéressante face à ce défi socio-économique et environnemental, qui s'inscrit pleinement dans une démarche de développement durable et d'économie circulaire. L'objectif de cet article est d'étudier la faisabilité de l'utilisation de sédiments de dragage et des granulats de béton recyclés (GBR) dans les matériaux de fondation des chaussées. Cet objectif s'inscrit dans le cadre de la valorisation des déchets en vue de produire des matières premières secondaires pour le secteur de la construction et de promouvoir l'utilisation de matériaux locaux.

1.2. Matériaux

Les sédiments marins ont été dragués dans le bassin d'Arcachon en France tandis que les granulats de béton recyclés ont été collectés lors de la déconstruction d'un bâtiment dans le nord de la France. Il s'agissait de graviers recyclés avec des granulométries initiales et finales de 0/20 et 0/5 mm, respectivement, après tamisage.

Les granulats de béton recyclés indiquent une teneur élevée en quartz et en calcite. Le quartz et la calcite proviennent respectivement du sable siliceux du béton recyclé et de la carbonatation de la portlandite. Les sédiments quant à eux sont principalement composés de quartz et d'illite.

1.3. Méthode

L'optimisation du mélange a été réalisée à l'aide de la méthode semi-empirique du fuseau de Talbot-Fuller-Thompson, qui nous a permis de déterminer la proportion de sédiments et de granulats de bétons recyclés pour créer un squelette granulaire avec un minimum de vides et un maximum de compacité.

Les quatre mélanges sélectionnés pour l'étude sont : (1) 20 % de sédiments et 80 % de GBR (20S80G), (2) 30 % de sédiments et 70 % de GBR (30S70G), (3) 50 % de sédiments et 50 % de GBR (50S50G), et 100 % de sédiments (100S).

Les mélanges ont subi un traitement à 1% de chaux vive et de 7 % de liant hydraulique. Les essais de portance immédiat, d'aptitude au traitement ont été réalisés. Les caractéristiques mécaniques des mélanges ont été déterminées afin de s'assurer de la pertinence de l'utilisation de ces mélanges dans la construction de la couche de forme.

1.4. Résultats et discussion

Les mélanges avaient une valeur au bleu de méthylène inférieure à 1,5 g/100 g et un passant à 80 µm entre 19,16% et 32,27%, ce qui les classe comme sol B5. Les sédiments ont été classés comme sol A1, ce qui correspond à des sols fins.

Les indices de portances immédiat (IPI) des mélanges non traités atteignent des valeurs inférieures à 20 %, variant entre 4,91 % et 9,45 % ce qui ne leur permet pas d'être utilisés comme sous-couches routières.

Le traitement des mélanges a permis une augmentation significative des IPI. Les mélanges 20S80G, 30S70G, 50S50G et 100G passent d'un IPI de 16,5 % à 25,22%, de 12,31 % à 18,65 %, de 12,64 % à 16,53 % et de 10,3 % à 12,62 %, respectivement. Cependant, seul le mélange traité 20S80G a une valeur IBR de 20 %, qui est la valeur recommandée pour l'utilisation dans les couches de forme.

L'essai d'aptitude au traitement permet de s'assurer de la stabilité dimensionnelle et du comportement mécanique recherchés dans des conditions particulières et dans un temps relativement court, L'objectif est d'accélérer la prise hydraulique qui se produit dans les différents mélanges. Les résultats montrent que tous les mélanges ont satisfait au critère de traction indirecte à l'exception du mélange 100S, qui avait une valeur de 0,11 MPa (< 0,2 MPa). Le gonflement volumique pour tous les mélanges était inférieur au seuil de 5%. Par conséquent, tous les mélanges à l'exception de 100S sont aptes au traitement.

Selon le GTR, les trois exigences suivantes doivent être vérifiées :

- La circulation sur la couche traitée est autorisée lorsque la résistance à la compression atteint une valeur de 1 MPa.
- La résistance au gel est considérée comme satisfaisante si la valeur de la résistance à la traction indirecte est supérieure à 0,25 MPa.

- La résistance à l'immersion à un âge précoce est calculée en utilisant le rapport entre la valeur UCS après 28 jours de durcissement suivi d'une immersion pendant 32 jours dans l'eau à une température de 20 °C (USCI) et la valeur UCS après 60 jours de durcissement normal à 20 °C (UCS60).
- Le comportement mécanique à long terme de l'enrobé est satisfaisant lorsque sa résistance atteint au maximum une classe de 5.

Les mélanges 20S80G, 30S70G, et 50S50G ont atteint l'âge de circulation requis après 7 jours, tandis que le mélange 100S l'a atteint après 28 jours.

Les mélanges 20S80G, 30S70G, 50S50G ont atteint le critère de résistance au gel de 0,25 MPa après 7, 28 et 60 jours, respectivement, mais le mélange 100S n'a pas atteint la valeur de 0,25 MPa.

Les mélanges ont tous obtenu un rapport UCSI/UCS60 supérieur à 0,6, ce qui signifie que tous les mélanges satisfont au critère de résistance à l'immersion.

Les résultats montrent que les mélanges 20S80G, 30S70G et 50S50G ont une classe de résistance 3 tandis que le mélange 100S a une classe de résistance 4. On peut en conclure que les mélanges présentent des performances mécaniques à long terme adéquates pour une utilisation en couche de forme.

1.5. Conclusion

L'étude a examiné la faisabilité de l'utilisation de sédiments de dragage et de granulats de béton recyclés dans la construction de la couche de forme des routes. Plusieurs mélanges ont été préparés à partir de sédiments dragués et de granulats de béton recyclés. Ils ont d'abord été traités avec 1 % (en masse) de chaux vive, puis avec 7 % (en masse) de ciment pour un traitement efficace. Les propriétés physiques, mécaniques et géotechniques ont été déterminées à l'aide des normes d'essai françaises. Une analyse détaillée et approfondie des résultats a confirmé la faisabilité de l'utilisation de granulats de béton recyclés et de sédiments de dragage jusqu'à un certain pourcentage dans la construction de la couche de forme des routes. Les principales conclusions de l'étude peuvent être résumées comme suit :

- Le traitement à la chaux vive et au liant hydraulique a amélioré les valeurs des IPI des mélanges. Cependant, seul le mélange 20S80G (c'est-à-dire 20 % SED et 80 %) est recommandé pour la construction de la couche de forme, car son IPI a atteint une valeur de 20 %.

- Les mélanges ont montré une réduction significative du volume de gonflement après le traitement à la chaux. En outre, les volumes de gonflement des mélanges étaient inférieurs au seuil de 5 % pour l'utilisation dans la construction de la couche de forme.
- Les valeurs des résistances à la compression et à la traction indirecte des mélanges ont augmenté avec le temps de cure. Les mélanges 20S80G, 30S70G et 50S50G ont atteint l'âge de circulation requis après 7 jours, tandis que le mélange 100S l'a atteint après 28 jours. D'autre part, les mélanges 20S80G, 30S70G, 50S50G ont atteint le critère de 0.25 MPa pour l'utilisation dans les sous-couches après 7, 28 et 60 jours, respectivement.
- Les mélanges ont satisfait aux critères de résistance à l'immersion dans le jeune âge pour l'utilisation dans la construction de la couche de forme. Les rapports entre la résistance à la compression après immersion et celle à 60 j des mélanges étaient supérieurs à 0,6, ce qui est le critère d'utilisation en couche de forme pour un sol avec une VBS $\geq 0,5$ g/100 g.
- Les mélanges ont montré des performances mécaniques à long terme adéquates pour une utilisation dans la construction de la couche de forme, ce qui correspond à une classe de résistance de 5 ou moins. Les mélanges 20S80G, 30S70G et 50S50G avaient une classe de résistance 3, tandis que le mélange 100S avait une classe de résistance 4.
- Les mélanges ont respecté les seuils de lixiviation du guide SETRA, à l'exception du mélange 100S dont les quantités de fluorure et de sulfate dépassaient les seuils. Les mélanges peuvent donc être utilisés dans la construction de la couche de forme d'un point de vue environnemental

Valorization of dredged sediments and recycled concrete aggregates in road subgrade construction.

Authors: Yassine Abriak^{1,2,4}, Walid Maherzi^{1,2}, Mahfoud Benzerzour^{1,2}, Ahmed Senouci^{1,3}, Patrice Rivard⁴.

¹ IMT Nord Europe, Centre for Materials and Processes, Institut Mines-Télécom, F-59000 Lille, France

² Laboratoire de Génie Civil et Géo-Environnement, Institut Mines-Télécom, University Lille, ULR 4515—LGCgE, F-59000 Lille, France

³ Department of Construction Management, College of Technology Building, 4730 Calhoun Road #300, Houston, TX 77204-4020, USA

⁴ Department of Civil and Building Engineering, Université de Sherbrooke, Sherbrooke, QC J1K 2R1, Canada

Journal title: published on Buildings-MDPI on 28 February 2023

Link to the article: <https://doi.org/10.3390/buildings13030646>

2. Abstract

Large quantities of dredged sediments and recycled concrete materials are generated every year all over the world. The disposal of these large quantities in landfills represents serious environmental problems. Furthermore, high-quality raw materials for construction are depleting, and their use cannot be sustained. The valorization of dredged sediments and recycled concrete materials as alternative construction materials has the potential to reduce the impact of these two issues. In this context, this study aims at investigating the feasibility of using dredged sediments and recycled concrete aggregates as alternative raw material for road subgrade construction. Various mix designs were prepared using dredged sediments and recycled concrete aggregates. The mixes were then treated with quicklime and road binder as specified in the French soil treatment guide. Their physical, mechanical, and geotechnical properties confirmed the feasibility of using recycled concrete aggregates and dredged sediments up to a certain percentage in

road subgrade construction. Moreover, they showed that the mixes containing 20% of dredged sediments met road subgrade minimum physical and mechanical properties, such as immediate bearing capacity, unconfined compression strength, indirect tensile strength greater, and UCSI/UCS60 ratio. Finally, leaching tests were conducted to ensure the environmental safety of the various mixes. The results showed that the mixes met the thresholds for their use in road subgrade construction. The feasibility of using dredged sediments and recycled concrete aggregates in foundations and base layers will be studied in future projects.

Keywords: sediment; recycled concrete aggregate; road construction; eco-friendly

3. Introduction

Today, the environmental issues related to the management of natural resources are currently considered as major and high priority in nature (COP). The need to find alternative solutions, particularly by implementing circular economy concepts and adopting new economic models, is more than necessary. In this perspective, the substitution of natural materials by alternative materials presents itself as an interesting solution vis à vis this socio-economic and environmental challenge, which is fully in line with a sustainable development and circular economy approach.

The construction industry consumes more than 453 million tons of granular materials per year in France (UNPG, 2019). More than half of that quantity is consumed in road construction. This situation may lead to severe depletion and scarcity of natural construction materials in France, which would make them not sustainable. Thus, there is a pressing need for finding new alternative construction materials, especially for road projects. On the other hand, significant quantities of concrete waste and dredged sediments are produced every year, whose disposal is becoming more and more complicated. In France, about 50 million m³ of dredged sediments are collected each year, mostly from estuarine maritime ports (90%) to ensure their good functioning by preventing their silting [93].

Several regulations govern sediment management both nationally and internationally. When they cannot be dumped in the sea, the sediments are managed on land as waste. In this context, waste management generates environmental, technical and economic issues. During the last decade, several research studies have been conducted on the valorization of dredged sediments as alternative aggregates in road construction [94–99]. However, the

results of these studies have shown that the use of dredged sediments alone as alternative aggregates did not yield satisfactory road performance. The studies indicated that the performance of the road could be improved by adding a granular corrector [8,61] to the dredged sediment mixtures to improve the compactness of the granular skeleton in the form of natural sand or by using a stabilization/solidification process involving hydraulic binder and lime [100–103] to improve the geotechnical properties and mechanical behavior of the sediments. On the other hand, the construction industry produces large quantities of construction and deconstruction waste (CDW), which is mainly composed of concrete. The disposal of these huge quantities of CDWs poses a storage problem because of saturated landfills and an environmental one due to their transportation-extensive pollution. Most CDWs are characterized by their low environmental impact due to their physical and chemical characteristics. The Waste Framework Directive (2008) provided the measures to : (1) prevent the harmful effects of CDW generation and management on the environment and human health and (2) improve resource use efficiency. These measures are essential for a transition to a circular economy [104], The directive set a target of 70% for recycled CDW by 2020. The studies, which were conducted to achieve this target, showed that CDW can be used as: (1) aggregate in concrete [105–109], backfill, road construction, (2) as cement to produce clinker [110–112], or (3) as mineral addition for cementitious material [80,81,113–115], In France, recycled concrete aggregates (RCA) have a specific classification, in which GD0 and GD1 classes are assimilated into soils with a diameter D_{max} less than 150 and 80 mm, respectively. During the manufacture of RCAs, the cement paste of the original concrete adheres to the natural aggregate, giving it high water absorption [116–118] , which leads to an increase in the optimum water content and a decrease in the maximum dry density [119].

Dredged sediments and soil-assimilated RCAs are currently used separately according to the French GTR guide [56] but have never been used together. In the various works, sediments are used with sand as a granular corrector, which is a non-renewable resource that is rarely found near construction sites. The aim of this study is to use RCAs as a granular corrector for sediments. RCAs are materials that are easily found locally [120] and represent a large part of waste from the construction industry.

The objective of this paper is to study the feasibility of using both dredged sediments and RCAs in pavement subgrade materials. This objective is in line with the valorization of waste to make

secondary raw materials for the construction sector and to promote the use of local materials as well. Several mixes with different percentages of dredged sediments and RCA were selected and optimized using the Talbot–Fuller–Thompson spindle, in order to meet the normative requirements for road materials. The geotechnical, physical, and mechanical properties of the prepared mixes were obtained through testing and were analyzed. The immediate bearing ratio and treatment suitability tests were also carried out to check the suitability of using these mixes in subgrade construction. Finally, an environmental characterization was carried out to validate the environmental suitability of the mixes for subgrade construction.

4. Materials and Methods

4.1. Marine Dredged Sediments (SED)

The marine sediments (Figure 2.1) were dredged from the Arcachon basin in France. The accumulation of sediments in the basin has hampered both commercial and pleasure navigation. The material is extracted where it is placed in settling ponds. The sediments were collected from different parts of the basin. They were deagglomerated, sieved to 4 mm and then homogenized.



Figure 2. 1. Illustration of raw materials and sediment (in left) RCA (in right)

4.2. Recycled Concrete Aggregate (RCA)

The RCAs (Figure 2.1) were collected from a building deconstruction in the north of France, They were recycled gravels with initial and final granulometries of 0/20 and 0/5 mm, respectively, after sifting, The fine content of RCAs was determined by: (1) wet sieving on a 63 μm sieve and (2) analysis using laser granulometer Beckman Coulter LS 13 320 analyzer based on EN ISO 13320 standard [121]. The particle size distribution was obtained using various sieves between 63 μm and 8 mm, according to XP 94-041 standard [122].

The RCAs are classified as GD1 and composed mainly of concrete product. The choice of using GD1 aggregates allows us to use them according to the GTR and to apply the same identification parameters as for a natural soil for use in road subgrade.

4.3. Material Characterization

4.3.1. Physical Characterization

The physical characteristics of SEDs and RCAs are summarized in Tableau 2. 1.

Tableau 2. 1. SED and RCA physical characteristics

Parameter	Units	SEDs	RCAs	Testing Standard
MBV (g/100 g)	g/100 g	1,52	0,17	NF P94-068
Organic matter content	%	7,35	3,49	XP P94-047
Absolute density	g/cm ³	2,54	2,55	NF EN 1097-7
Initial water content	%	38,0	4,78	NF P 94-050
Particle size distribution				EN ISO 13320
Sand fraction (% > 63µm)	%	59,9	85,9	
Silt fraction (2 µm < % < 63 µm)	%	35,0	12,8	
Clay fraction (% < 2 µm)	%	5,07	1,37	
Atterberg limit				NF P94-051
Liquid limit	%	37,0	-	
Plastic limit	%	17,0	-	
Plasticity index	%	20,0	-	

The material organic matter contents were determined according to the XP P94-047 [123] standard.

The methylene blue values were determined for each material in each mix according to NF P94-068 [124] standard.

The raw material Atterberg limits were determined according to the standard NF EN ISO 17892-12 [125].

The material particle densities were determined using a Micromeritics ACCUPYC 1330 helium pycnometer according to standard NF EN 1097-7 [126].

The initial water contents for SEDs and RCAs were equal to 38% and 4,78%, respectively. The absolute densities for SEDs and RCAs were equal to 2,54 and 2,55 g/cm³, respectively.

The limits of liquidity and plasticity of SEDs were equal to 37% and 17%, respectively. The plasticity index of SEDs was equal to 20%, which shows that SEDs are moderately argillaceous. This finding was confirmed by a clay fraction value of 5,07% and a methylene blue value (MBV) indicating higher plasticity and water sensitivity for SEDs. The RCAs were sandy, exhibiting a sandy fraction of 85,86% and water insensitivity with an MBV value of 0,17 g/100 g.

4.3.2. Mineralogical Characterization

Figure 2.2. shows XRD patterns for SEDs and RCAs. The peaks observed in the XRD patterns for RCAs are an indication for a high content of quartz and calcite. The quartz and calcite originate from recycled concrete silica sand and portlandite carbonation, respectively. The results do not suggest the presence of portlandite, which is a strong indication of RCA carbonation. The observed small peaks correspond to albite, which is a feldspar family mineral present in natural aggregates. The sediments are mainly composed of quartz and illite.

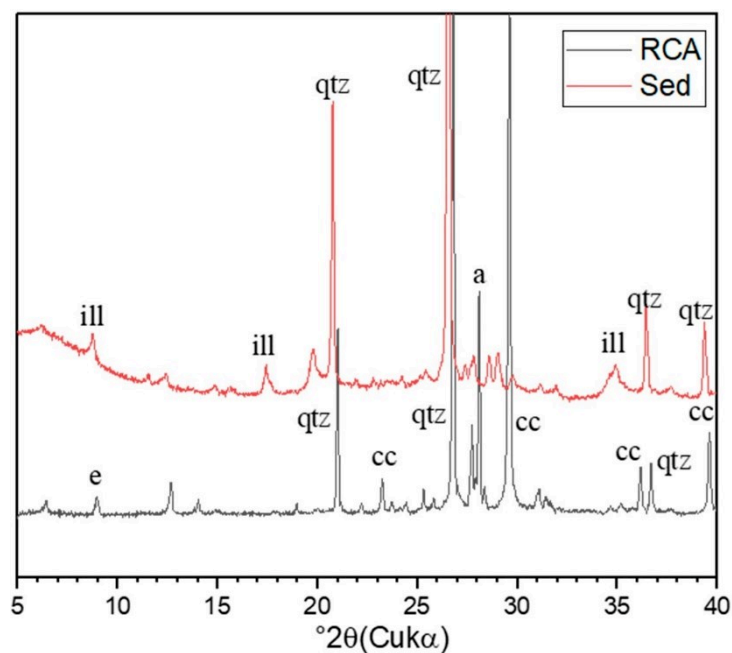


Figure 2. 2. XRD patterns of RCAs and SEDs; qtz, quartz; cc, calcite; e, ettringite; a, albite; ill, illit.

4.4. Hydraulic Binder and Quicklime

The Eqiom hydraulic road binder VDS was composed of 50% clinker, 40% blast furnace slag, and 10% secondary constituents. A commercial quicklime, which included 2% by weight calcium hydroxide ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) and 1,5% by weight calcite (CaCO_3), was used in the

study.

4.5. Methods

4.5.1. Mix Design

The mix optimization was performed using the Talbot–Fuller–Thompson spindle semi-empirical method, which allowed us to determine the proportion of sediment (S) and RCAs (G) to create a granular skeleton with minimum voids and maximum compactness. The spindle was obtained using Equation (1) [61]:

$$P = \left[\frac{d}{D} \right]^n \times 100 \quad (2.1)$$

where D (mm) = aggregate maximum diameter, d = sieve size (mm), P (%) = particle percent passing (%) based on sieve size d , and n = empirical constant (fitting coefficient) whose value is between 0,25 and 0,45,

The RCAs are quite well scaled and fit perfectly in the spindle. On the other hand, the sediments are quite far from the spindle with a rather fine grain size. The addition of RCAs to the sediment improves the particle size distribution of the mixture.

Figure 2.3 shows that the more sediments were added, the further the mix grain size distribution was away from the optimal spindle. The four mixes selected for the study were: (1) 20% of sediment and 80% of RCA (20S80G), (2) 30% of sediment and 70% of RCA (30S70G), (3) 50% of sediment and 50% of RCA (50S50G), and 100% of sediment (100S).

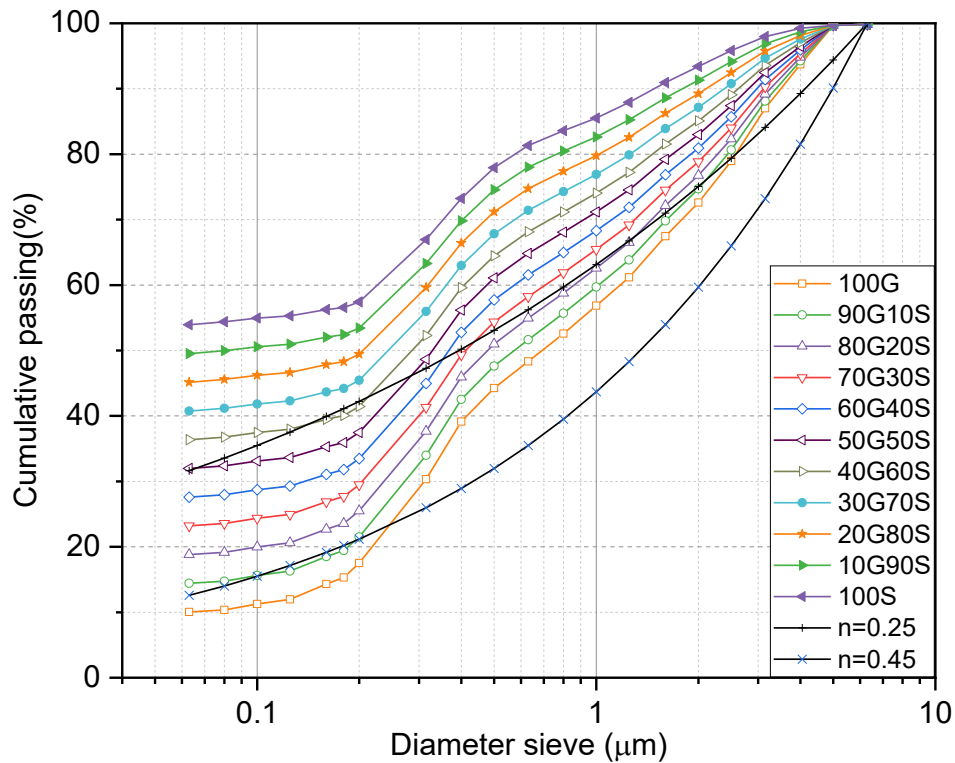


Figure 2. 3. Mix grain size distribution and optimal reference curves.

4.5.2. Geotechnical Classification

The GTR French technical guide [56] and the standard NF P 11-300 [58] were strictly followed in determining the classification of soils used in backfill and subgrade. They address mix grading, methylene blue value, organic matter content, and Atterberg limits, Normal Proctor Test and Immediate Bearing Ratio.

The normal proctor test and the immediate bearing ratio were determined based on the standards NF EN 13286-47 [59], NF EN 13286-2 [127], and NF P94-093 [128] to evaluate if the selected mixes can be used in subgrade construction. The tests were conducted using a mold with a diameter of 15 cm and a height of 12 cm. The mixes were compacted in three equal layers with 56 strokes for each layer with a drop height of 305 mm. Then, three samples were taken from the compacted soils to determine the optimal water content and dry density.

4.5.3. Mechanical Behavior

The long-term mechanical properties (i.e, average value for three specimens) were determined after 7, 28, 60, and 90 days of curing using an Instron 5500R electromechanical press. They were determined at the optimal content, which was obtained using the proctor test. The specimens used to determine the compressive and indirect tensile strengths were set equal to 98,5% and 96% of the optimal dry density, respectively. The specimens were

prepared using a static compression test based on standard NF EN 13286-53 [129].

Unconfined Compression Strength (UCS)

The compressive strengths were determined using cylindrical specimens with a diameter of 5 cm and a height of 10 cm. The load was applied continuously and uniformly to failure according to NF EN 13286-41 [130].

Indirect Tensile Strength (ITS)

The indirect tensile strength was determined using specimens with a height and a diameter of 5 cm with a uniform stress not exceeding 0,2 MPa per second according to the standard NF EN 13286-42 [131].

Modulus of Elasticity

The elastic modulus was determined using cylindrical specimens with a diameter of 5 cm and a height of 10 cm according to the standards NF EN 13286-41 [130] and NF EN 13286-43 [132], The elastic modulus was calculated using Equation (2):

$$E = 1,2 \times \frac{Fr}{\pi \times D^2 \times \varepsilon} \quad (2.2)$$

with E = elastic modulus (MPa), Fr = maximum force (Newton), D = specimen diameter (millimeter) and ε = specimen elongation when $F = 0,3 \times Fr$,

4.5.4. Treatment Suitability

According to the standards NF P 94-100 [64] and NF EN 13286-49 [133], the mix suitability is determined by volumetric swelling (VS) and ITS by immersing specimens having a diameter and a height of 5 cm, in water at 40 °C for 7 days. Before immersion, the specimens were kept for 4 h at a temperature of 20 °C and a relative humidity of 90%. The mixes were first treated with quicklime and then with cement. To validate their use in subgrade construction, the mix vs, and ITS values were compared to the thresholds set by the French guide of soil treatment (GTS) [57], which are summarized in Tableau 2.2.

Tableau 2. 2. Treated material sustainability criteria.

	After Conservation in Water at 40 °C for 7 Days	
	VS (%)	ITS (Mpa)
Suitable	$VS < 5$	$ITS > 0,2$
Doubtful	$5 \leq VS \leq 10$	$0,1 \leq ITS \leq 0,2$
Unsuitable	$VS > 10$	$ITS < 0,1$

4.5.5. Leaching Test

An environmental analysis was performed on raw materials with a water-to-solid ratio of 10 and on various mixes using batch leaching according to the standard NF EN 12457-2 [55]. The concentrations of metallic trace elements (or heavy metals), chlorides, fluorides, and sulfates were determined. The samples were stirred for 24 h in pure water (18,2 MΩ,cm). Then, the solid and liquid fractions were separated using a 15 min decantation. The liquid fraction was filtered through an acetate–cellulose membrane with a pore diameter of 45 μm. The eluate was analyzed using ICP-OES and ion chromatography. In France, the SETRA and CEREMA guides set the leaching thresholds on the use of alternative materials and recycled concrete aggregates for use in road construction. These thresholds are summarized in Tableau 2.3.

Tableau 2. 3. Environmental acceptability criteria for road construction.

	Units	Sediment	RCA	SETRA Guidelines for Alternative Materials	CEREMA Guidelines for RCA
As	mg/kg	<0,1	<0,1	2	0,6
Ba	mg/kg	<0,008	0,19	100	36
Cd	mg/kg	0,13	<0,009	1	0,05
Cr	mg/kg	0,19	0,018	10	4
Cu	mg/kg	0,59	0,067	50	10
Mo	mg/kg	<0,09	<0,09	10	5,6
Ni	mg/kg	2,2	<0,05	10	0,5
Pb	mg/kg	<0,03	<0,03	10	0,6
Sb	mg/kg	<0,06	<0,06	0,7	0,6
Se	mg/kg	<0,08	<0,08	0,5	0,5
Zn	mg/kg	25	<0,01	50	5
Fluoride	mg/kg	3	6	150	60
Chloride	mg/kg	5420	196	15,000	100,00
Sulfate	mg/kg	18,180	3000	20,000	100,000
Soluble fraction	mg/kg	34,670	6110	60,000	

5. Results and Discussion

5.1. Leaching Tests

The eluates after leaching, presented in Tableau 2. 3, were evaluated according to SETRA [54] and CEREMA [134] guides for road construction materials. The concentrations of trace metal elements, fluoride, chloride, and sulfate were all above the thresholds set for the use of these materials in road construction. It is noted that the concentration of sulfates in sediment leachates is close to the limit threshold for the use of alternative materials in road materials (18,180 mg/kg). This is consistent with the results of previous studies conducted on marine sediments. Maherzi et al, (2018) [103] have highlighted that the presence of sulfates in marine sediments is mainly due to the presence of framboidal pyrite

(FeS₂), which is found in natural sediments. The presence of chloride in a non-negligible concentration is also noted. This presence of chlorides is due to the origin of the sediments, which are marine sediments,

5.2. Physical and Geotechnical Characterization of Non-Treated and Treated Mixes

The physical characteristics of the mixes are presented in Tableau 2.4. The mixes had an MBV lower than 1,5 g/100 g, a percent passing for 80 µm between 19,16% and 32,27%, which classify them as a B5 soil. A similar classification has been found in the literature [61]. The sediments were classified as A1 soil, which corresponds to fine soils and is consistent with the results of other research [95,135,136].

Tableau 2. 4. Mix physical characteristics and geotechnical classification.

Characteristics	Parameter	Units	20S80G	30S70G	50S50G	100S
Physical	MBV	g/100 g	0,57	0,84	0,98	1,53
	Absolute density	g/cm ³	2,55	2,56	2,57	2,54
	Particle size distribution					
	Grain < 80 µm	%	19,16	23,53	32,37	37,08
	Grain > 2 mm	%	23,23	21,15	16,99	6,6
Geotechnical classification			B5	B5	B5	A1

Figure 2.4a shows the IBR indexes for non-treated mixes, which reach IPI indexes of less than 20%, ranging between 4,91% and 9,45%. Their dry density optimal water content values were between 1,37 and 1,60 g/cm³ and between 20,5% and 28,7%, respectively. Thus, it does not allow them to be used as road subgrade.

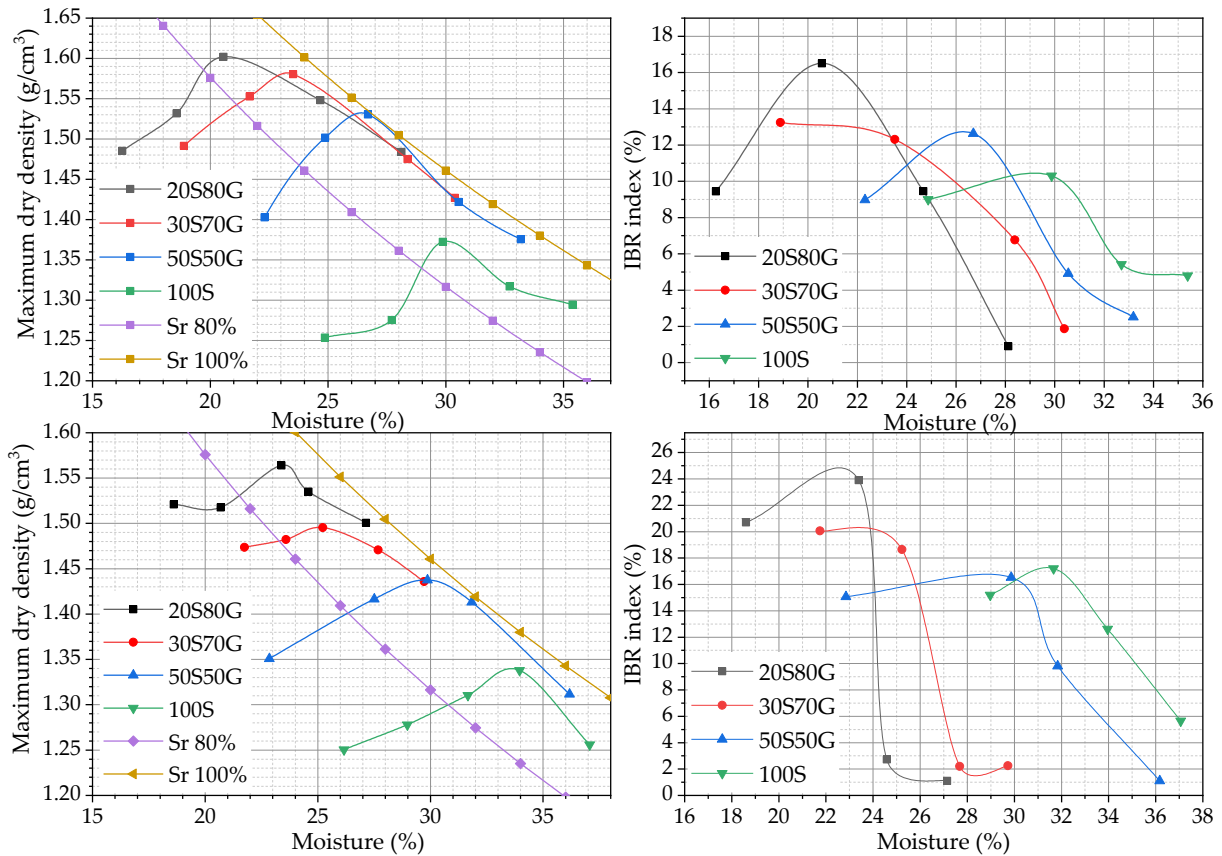


Figure 2. 4. Mix IBR indexes: (a) non-treated and (b) treated.

There is also a significantly higher optimum moisture content and lower maximum optimum dry density compared to literature works using natural sand [137]. However, the results are similar to other work using RCAs [61].

To improve the geotechnical and mechanical properties of the various mixes, lime and cement treatments were performed as recommended by the GTS for A1 and B5 soils, Tableau 1.5 summarizes the results for the studied mixes. All the mixes were treated first with 1% (by mass) quicklime and then with 7% (by mass) cement. The physical characterization showed that the sediments were rich in organic matter. Several studies reported that organic matter can impact the initial lime action on soils (flocculation/agglomeration). Thus, a lime pre-treatment is necessary to make it available for the reactions. The lime fixation point test was performed to determine the percentage of quicklime needed to reach a pH of 12,4 according to XP CEN/TS 17693-1 standard [138]. In this study, the sediments were pre-treated with a 3% quicklime prior to their use in the mixes.

Tableau 2. 5. *Designed materials for recycling sediments and granular addition.*

	Mixes		Quicklime (%)	Cement (%)
	Sediment (%)	RCA (%)		
20S80G	20	80	1	7
30S70G	30	70	1	7
50S50G	50	50	1	7
100S	100	0	1	7

Figure 2.4b shows a significant increase in the IBR indexes of treated mixes. The exothermic lime hydration reaction decreased the dry density and increased the optimal water content due to the flocculation of the soil particles in all the mixes. The lime treatment improved the short-term properties of the mixes by improving their IBR values. The 20S80G, 30S70G, 50S50G and 100G mixes move from an IPI of 16,5% to 25,22%, 12,31% to 18,65%, 12,64% to 16,53% and 10,3% to 12,62%, respectively. However, only the treated mix 20S80G had an IBR value of 20%, which is the recommended value for use in subgrade. The more sediment there is, the more the compactness of the mixtures decreases, as shown in Figure 2.3. Moreover, sediments are composed of a non-negligible part of organic matter, which increases the optimal water content and decreases the maximum dry density but also decreases the compaction characteristics [101].

5.3. Designed Material Sustainability

The treatment suitability test helps to ensure the sought dimensional stability and mechanical behavior in special conditions and in a relatively short time. The objective is to accelerate the hydraulic setting, which occurs in various mixes. Figure 2.5 shows the ITS and swelling volume of the mixes after immersion in water. The results show that all the mixes satisfied the indirect traction criterion except for mix 100S, which had an ITS value of 0,11 MPa. The swelling volume for all the mixes were below the threshold of 5%. Therefore, all the mixes except 100S are suitable for treatment.

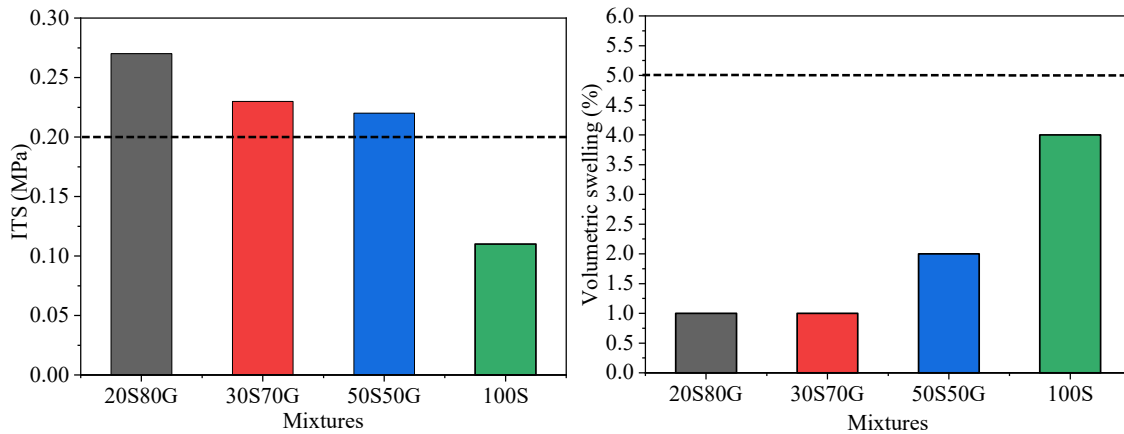


Figure 2. 5. ITS and swelling volume after immersion in water.

All the sample mixes experienced significant swelling volume reduction after treatment, Moreover, the untreated mixes with low and high sediment contents had a low and high swelling volume, respectively. This can be explained by: (1) the sediment organic matter content that favors the swelling and (2) mix insensitivity to water increases with RCA quantity because of the insensitivity of RCAs to water.

5.4. Mechanical Behavior

According to the GTS, the following three requirements have to be verified:

- The circulation on the treated layer is allowed when the UCS reaches a value of 1 Mpa,
- The frost resistance is considered satisfactory if the ITS value is higher than 0,25 Mpa,
- The resistance to immersion at early age is computed using the ratio between the UCS value after 28 days of curing followed by an immersion during 32 days in water at a temperature of 20 °C (USCI) and the UCS value after 60 days in normal curing at 20 °C (UCS60),
- The mix long-term mechanical behavior is satisfactory when its resistance reaches at most a class of 5.

Trafficability Criteria of Road Sublayers and Frost Resistance

The UCS and ITS values of the various mixes after 7, 28, 60 and 90 days of curing, shown in Figure 2.6, increase with the curing time for all the mixes. The UCS values show an initial strong increase initially and a stabilization afterward. The mixes 20S80G, 30S70G, and 50S50G reached the circulation age requirement after 7 days, while mix 100S reached it after

28 days.

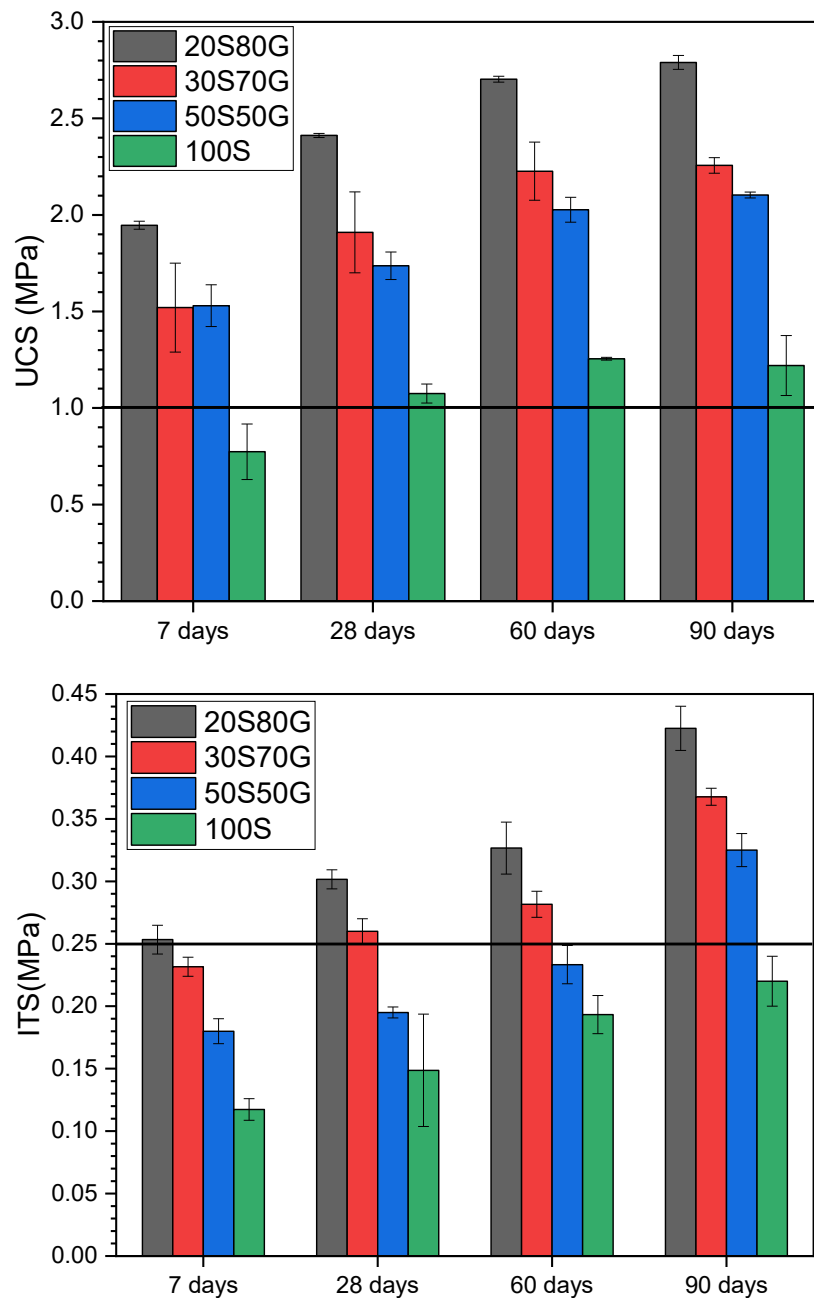


Figure 2. 6. Mix mechanical strength development.

On the other hand, the ITS values continued to increase after 60. The mixes 20S80G, 30S70G, 50S50G reached the criterion of 0,25 MPa after 7, 28, and 60 days, respectively. However, mix 100S did not reach the value of 0,25 MPa.

Decreases in UCS and ITS was observed with sediment addition, which can be explained in the following ways:

- The organic matter absorbs a portion of the hydraulic binder hydration water, which leads to a decrease in hydration products such as C-S-H, ettringite and portlandite,

- Because of their physical characteristics (low dry density and high fine fraction), the sediments tend to decrease the compactness of the mix and consequently its strength,
- The presence of contaminants in the sediments interacts with the binders (lime and cement), which leads to a delay or inhibition of hydration reactions.

The addition of a granular corrector such as RCAs has the potential to improve mechanical strengths. Maherzi et al, [103] highlighted the beneficial effects of the granular addition in the mix composed of sediment, which leads to a reduction in the porosity of the materials and reduces the effect of impurity elements such as organic matter and sulfates.

Early Age Immersion Resistance

The early age immersion resistance of the mixes was evaluated using the ratio between UCSI and UCS60. Tableau 2.6 summarizes the results. This ratio must be higher than 0,6 for a material with an MBV $\geq 0,5$ g/100 g.

Tableau 2. 6. Water immersion effect on UCS.

Mixes	20S80G	30S70G	50S50G	100S
UCSI	1,80	1,41	1,38	0,8
UCS60	2,7	2,23	2,03	1,26
UCSI/UCS60	0,67	0,63	0,68	0,63

The results show that immersion decreased the compression strength of all mixes. However, it can be seen that all mixes have a UCSI to UCS60 ratio greater than 0,6. Therefore, all mixes meet the criteria for use in subgrade. These results are in the same range of those obtained in previous studies [100,103,137].

Long-Term Mechanical Behavior

The long-term mechanical properties (i.e., elastic modulus E and tensile strength TS) of the mixes were determined to evaluate whether they can be used in road subgrade construction. The tensile strength was determined using ITS. The mechanical properties were measured after 90 days of curing. For a use in subgrade, the couple of elastic modulus and strength must be at most of a resistance class 5 (zone 5). Figure 2.7 shows the classification of each mix. The results show that mixes 20S80G, 30S70G and 50S50G had

a resistance class 3 while mix 100S had a resistance class 4. It can be concluded that mixes show adequate long-term mechanical performance for use in subgrade.

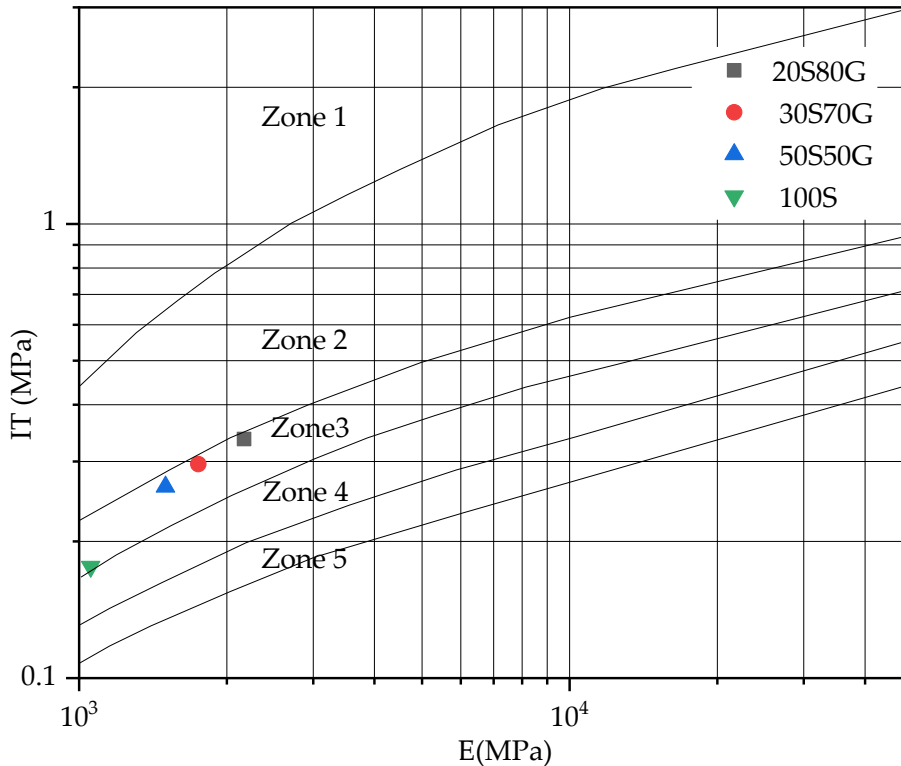


Figure 2. 7. Mix mechanical strength development

5.5. Environmental Assessment of Designed Materials

It is necessary to verify that the mix treatments did not have an impact on the environmental performance of the mixes, such as release of contaminants. Leaching tests were performed herein on the various mixes after 90 days of curing. Tableau 2.7 shows that all mixes comply with the thresholds of the SETRA guide, except mix 100S due to fluoride and sulfate amounts exceeding the thresholds. However, the values of the soluble fraction remain below the threshold. Thus, the mixes can be used in subgrade construction from an environmental point of view.

Tableau 2. 7. Results of leaching test of mix.

	Units	20S80G	30S70G	50S50G	100S	SETRA Guidelines for Alternative Materials (2011)
As	mg/kg	<0,1	<0,1	0,13	0,19	2
Ba	mg/kg	0,33	0,34	0,35	0,22	100
Cd	mg/kg	<0,009	<0,009	<0,009	<0,009	1
Cr	mg/kg	0,29	0,27	0,21	0,24	10
Cu	mg/kg	1,0	0,90	0,87	0,82	50
Mo	mg/kg	0,41	0,42	0,54	0,47	10
Ni	mg/kg	0,33	0,34	0,39	0,38	10
Pb	mg/kg	<0,03	<0,03	<0,03	<0,03	10
Sb	mg/kg	<0,06	<0,06	<0,06	<0,06	0,7
Se	mg/kg	<0,08	<0,08	<0,08	<0,08	0,5
Zn	mg/kg	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	50
Fluoride	mg/kg	70	77	115,5	154	150
Chloride	mg/kg	1238	1619	2687,5	3445	15,000
Sulfate	mg/kg	4067	5371	9265	26,340	20,000
Soluble fraction	mg/kg	6785	8018	14,085	36,347	60,000

6. Conclusion

The study investigated the feasibility of using dredged sediments and recycled concrete aggregates in road subgrade construction. Several mixes were prepared using dredged sediments and recycled concrete aggregates. They were treated first with 1% (by mass) quicklime and then with 7% (by mass) cement for efficient treatment. The physical, mechanical, and geotechnical properties were determined using French testing standards. A detailed and thorough analysis of the results has confirmed the feasibility of using recycled concrete aggregates and dredged sediments up to a certain percentage in road subgrade construction. The study's major findings can be summarized as follows:

- The lime treatment improved the IBR values for the mixes, However, only mix 20S80G (i.e, 20% SED and 80%) is recommended for use in subgrade construction because its IBR reached a value of 20%,
- The mixes showed significant swelling volume reduction after lime treatment, Moreover, the mix swelling volumes were below the threshold of 5% for use in subgrade construction,

- The UCS and ITS values of the mixes increased with curing time. The mixes 20S80G, 30S70G, and 50S50G reached the circulation age requirement after 7 days, while mix 100S reached it after 28 days. On the other hand, mixes 20S80G, 30S70G, 50S50G reached the criterion of 0,25 MPa for use in subgrades after 7, 28, and 60 days, respectively,
- The mixes met the early age immersion resistance criteria for use in subgrade construction. The mix ratios between UCSI and UCS60 were higher than 0,6, which is the criteria for use in subgrade for a soil with an MBV $\geq 0,5$ g/100 g,
- The mixes showed adequate long-term mechanical performance for use in subgrade construction, which corresponds to a resistance class of 5 or lower, Mixes 20S80G, 30S70G and 50S50G had a resistance class 3, while mix 100S had a resistance class 4,
- The mixes complied with the leaching thresholds of the SETRA guide, except mix 100S due to fluoride and sulfate amounts exceeding the thresholds. Thus, the mixes can be used in subgrade construction from an environmental point of view.

Finally, the mix containing the lowest amount of sediment (i.e, 20% of sediments and 80% of recycled aggregates) met all the characteristics suitable for a use in subgrade construction, i.e., an immediate bearing capacity greater than 20, unconfined compression strength greater than 1 MPa, indirect tensile strength greater than 0,25 MPa, UCSI/UCS60 ratio greater than 0,6, and a strength class of at most 5.

This study contributed a practical solution to address the disposal of the large quantities of dredged sediments and recycled concrete materials that are generated every year all over the world. Moreover, it contributed a solution to the depletion of high-quality raw materials for construction, which cannot be sustained. Dredged sediments and recycled concrete materials represent a viable alternative construction material. Future work will be focused on the feasibility of using dredged sediments and recycled concrete aggregates in foundations and base layers.

Chapitre 3 : Influence des fines recyclees issu de granulats de beton recyclees sur la cinetique d'hydratation et les proprietes mecanique et microstructurale- approche experimentale et numerique

Chapitre 3 : INFLUENCE DES FINES RECYCLEES ISSU DE GRANULAT DE BETON RECYCLE SUR LA CINETIQUE D'HYDRATATION ET LES PROPRIETES MECANIQUE ET MICROSTRUCTURALE- APPROCHE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE 90

- 1. Résumé général de l'article 90
 - 1.1. Introduction 90
 - 1.2. Matériaux 90
 - 1.3. Méthode 91
 - 1.4. Résultats et discussion 92
 - 1.5. Conclusion 93
- 2. Abstract 95
- 3. Introduction 96
- 4. Research significance 97
- 5. Materials and methods 98
 - 5.1. Materials 98
 - 5.2. Methods 100
 - 5.2.1. Preparation of cement pastes 100
 - 5.2.2. Hydration heat of cement pastes 101
 - 5.2.3. Degree of hydration of cement pastes (DoH) 101
 - 5.2.4. Hydration product assemblage 103
 - 5.2.5. Compressive strength of mortars 104
 - 5.2.6. Microstructure 104
- 6. Experimental results and discussion 104
 - 6.1. Hydration heat 104
 - 6.2. DoH 106
 - 6.3. Hydration products of mixtures 108
 - 6.4. Compressive strength 109
 - 6.5. Microstructure 110
 - 6.6. Numerical modeling of cement hydration using the CEMHYD3D 113
 - 6.7. Results of numerical modeling 115
- 7. Conclusions 122

Chapitre 3 : INFLUENCE DES FINES RECYCLEES ISSU DE GRANULATS DE BETON RECYCLES SUR LA CINETIQUE D'HYDRATATION ET LES PROPRIETES MECANIQUE ET MICROSTRUCTURALE- APPROCHE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE

1. Résumé général de l'article

1.1. Introduction

L'objectif de cette étude est d'étudier l'influence de la poudre fine (fines SF) obtenue à partir d'agrégats de béton recyclé sur la cinétique d'hydratation et les propriétés mécaniques et microstructurelles du ciment hydraté par le biais expérimental et d'une modélisation microstructurelle tridimensionnelle à l'aide de CEMHYD3D. Des mélanges préparés avec différents niveaux de substitution allant de 0 % à 30 % en volume ont été étudiés. Les résultats expérimentaux indiquent que la présence de calcite (CaCO_3) et d'hydrates résiduels dans la poudre de SF accélère l'hydratation des phases du ciment, en particulier les phases C_3A et C_3S , à des âges précoces. L'augmentation du niveau de substitution des fines SF a conduit à une augmentation du degré d'hydratation (DoH) du ciment par rapport à celui de la référence. Les résistances à la compression des mortiers diminuent avec les niveaux de substitution des poudres de SF ; toutefois, un taux de substitution de 10 % permet d'obtenir une résistance comparable à celle de la référence. Les résultats de la modélisation ont également indiqué que l'augmentation du niveau de substitution des fines SF augmentait la DoH du ciment. Cependant, à des âges très précoces, le retard d'hydratation des phases individuelles du ciment a augmenté avec l'augmentation des niveaux de substitution des poudres SF, en particulier pour les phases C_3A et C_4AF . Les résultats de l'étude suggèrent que les fines de SF peuvent agir comme des charges, augmentant les zones de nucléation pour les réactions d'hydratation du ciment, et comme des sources silico-alumineuses pour les réactions pouzzolaniques.

1.2. Matériaux

Le ciment utilisé dans cette étude Ciment Portland Ordinaire (OPC) de type CEM I 52.5. Les RCA ($D_{\text{max}} = 16 \text{ mm}$) ont été collectés sur un site de démolition de bâtiments à Saint-Ouen, en France. Ils ont été séchés à une température constante de $40 \text{ }^\circ\text{C}$ jusqu'à atteindre une

masse constante avant d'être tamisés manuellement pour obtenir une granulométrie inférieure à 45 μm (poudre SF). Les densités spécifiques du ciment et des poudres SF ont été mesurées à l'aide d'un pycnomètre à hélium (Accupyc 1330). Les distributions granulométriques ont été mesurées conformément à la norme ISO 13320 (2020) et à l'aide d'un appareil de diffraction laser (COULTER type 13320). La technique utilisée est l'analyse granulométrique à sec, c'est-à-dire que les échantillons sont séchés avant d'être analysés. La surface spécifique a été déterminée à l'aide de la méthode Brunauer-Emmett-Teller (BET), qui consiste à analyser les échantillons à l'aide d'azote liquide. Les compositions chimiques ont été déterminées par fluorescence X. Les propriétés physiques et les compositions chimiques des matériaux sont présentées dans le Tableau 3.1.

Par rapport au ciment CEM I, la densité spécifique de la poudre SF était significativement plus faible, alors que sa surface BET était beaucoup plus élevée. Cela est probablement dû à la présence de pâte de ciment durcie attachée dans la poudre SF, comme indiqué dans une étude précédente [81]. Les compositions chimiques du ciment CEM I et de la poudre SF étaient également très différentes. Si l'on exclut le SiO_2 , les teneurs en oxydes majeurs tels que CaO , Al_2O_3 et Fe_2O_3 dans la poudre SF étaient nettement inférieures à celles du ciment CEM I. La composition minéralogique de la poudre SF était également très différente.

La composition minéralogique de la poudre SF déterminée par diffraction des rayons X (DRX) est présentée dans la Figure 3.1. Les principales phases minéralogiques de la poudre SF sont le quartz (SiO_2) et la calcite (CaCO_3). Comme prévu, l'ettringite (AFt) et le mono-carboaluminate ont également été identifiés dans la poudre SF. Cependant, le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ n'a pas été détecté dans la poudre SF. Cela peut être attribué à la carbonatation du $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pour former du CaCO_3 , comme indiqué précédemment

1.3. Méthode

Dans cette étude, des approches multi-techniques incluant la calorimétrie de conduction isotherme, la thermogravimétrie, la TGA, la XRD et les tests de MIP et de résistance à la compression ont été utilisées pour étudier les influences de la poudre SF sur l'hydratation du ciment mélangé et ses propriétés mécaniques-microstructurelles.

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée pour déterminer le degré d'hydratation (DoH) des ciments mélangés au fil du temps en mesurant la quantité d'eau chimiquement liée des pâtes de ciment. La calorimétrie isotherme par conduction a été utilisée pour déterminer le flux de chaleur libéré par les réactions d'hydratation des pâtes de ciment. L'analyse DRX a

été utilisée pour identifier les produits d'hydratation formés au cours de l'hydratation du ciment mélangé dans le temps. La microstructure a été étudiée en mesurant la porosité totale et la distribution de la taille des pores des pâtes de ciment après 56 jours de durcissement à l'aide de la technique de porosimétrie par intrusion au mercure (MIP).

Des pâtes de ciment ont été préparées avec un rapport constant en volume entre l'eau et le solide pour les analyses TGA, XRD et MIP. Le taux d'eau absorbée (ci-après W_{abs}) de la poudre SF a été déterminé en utilisant la méthode proposée par Sedran. Le tableau 3.2 montre la composition de tous les mélanges avec des niveaux de substitution de la poudre SF de 0 % (Mref), 10 % (MSF 10), 20 % (MSF 20) et 30 % (MSF 30) en volume, ou correspondant à 0 %, 7,6 %, 15,6 % et 24,1 % en masse, respectivement.

L'évolution de la résistance à la compression a été déterminée en mesurant la résistance de mortiers standards. Les échantillons ($40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$) ont été préparés conformément à la norme NF EN 196-1 [31] avec la composition indiquée dans le tableau 3.4.

1.4. Résultats et discussion

Les courbes de flux de chaleur indiquent que la poudre SF modifie fortement la cinétique d'hydratation des ciments mélangés par rapport à celui de référence. La poudre SF a fourni une surface supplémentaire pour la nucléation et la croissance des produits d'hydratation [80,159,160], ce qui a accéléré le taux d'hydratation de C_3S . En outre, la présence de produits d'hydratation résiduels dans la poudre SF peut accélérer le taux d'hydratation de C_3S , comme indiqué dans une étude précédente [161].

Les mesures de DoH indiquent que la poudre de SF a amélioré de manière significative l'hydratation du ciment mélangé par rapport au ciment de référence. L'augmentation de la DoH du ciment contenant de la poudre SF peut être attribuée à l'effet accélérateur de la poudre SF [163-165] et à une augmentation du rapport eau/ciment dans les pâtes de ciment mélangées, conduisant à l'amélioration de l'hydratation du ciment. Pour la même teneur en clinker, la teneur en $Ca(OH)_2$ formée par l'hydratation des mélanges contenant de la poudre SF était supérieure à celle formée par le ciment de référence et elle augmentait avec l'augmentation des niveaux de substitution de la poudre SF. Cela confirme que la poudre SF a accéléré le taux d'hydratation du ciment, comme l'indiquent les mesures DoH.

Les résultats indiquent que les résistances des mortiers diminuent avec l'augmentation des niveaux de substitution de la poudre SF. Cependant, la résistance du mortier MSF 10 était comparable à celle du mortier de référence. Ces résultats peuvent être attribués aux facteurs

suivants. (1) Les fines SF agissent comme des charges et augmentent donc les zones de nucléation. (2) L'augmentation de la DoH du ciment dans les mortiers contenant de la poudre SF a entraîné la formation d'un plus grand nombre de produits d'hydratation, ce qui a compensé l'effet de dilution du ciment. (3) La stabilisation de l'Aft et la formation d'hémi-carboaluminate et de mono-carboaluminate ont augmenté le volume solide dans le ciment hydraté [168], améliorant ainsi ses propriétés mécaniques. En outre, certaines références dans la littérature [169] indiquent que la décalcification des hydrates présents dans l'ancienne pâte (C-(A)-S-H), suite à la carbonatation des GBR, conduit à la libération de silice et d'alumine, qui contribuent aux réactions pouzzolaniques. Ceci explique les degrés d'hydratation (DoH) plus élevés pour les formulations contenant du SF.

La porosité des pâtes de ciment augmente avec les niveaux de substitution de la poudre SF. La porosité mesurée à 56 jours a augmenté de 6% à 22% avec des niveaux de substitution de poudre SF allant de 0% à 30%. Cependant le diamètre critique des pores était similaire pour toutes les pâtes de ciment, dans la gamme de 0,01 à 0,1 μm correspondant à des pores capillaires moyens.

Les résultats de la modélisation indiquent également que le DoH du ciment augmente avec les niveaux de substitution de la poudre SF, comme observé dans nos expériences (Fig. 3). Cependant, par rapport aux résultats expérimentaux, le modèle CEMHYD3D a surestimé la DoH du ciment pour les pâtes Mref et MSF 10 (Figure 3.(9 et 10)), alors qu'il a sous-estimé le DoH du ciment pour les pâtes MSF 20 et MSF 30 (Figure 3.(11 et 12)). L'eau absorbée ajoutée aux pâtes de ciment mélangées n'a pas été complètement absorbée par la poudre SF, ce qui a entraîné une augmentation du rapport eau/liant dans les pâtes de ciment réelles par rapport aux pâtes de ciment virtuelles.

le DoH des phases individuelles du ciment a également été modélisée afin de déterminer quelles phases du ciment étaient le plus influencées par la substitution de la poudre SF. On constate que la substitution de la poudre de SF retarde l'hydratation de toutes les phases du ciment à des âges très précoces et que ce retard s'accroît avec l'augmentation des niveaux de substitution. Cependant, les retards d'hydratation ne sont pas identiques car ils dépendent de l'origine de la phase cimentaire.

1.5. Conclusion

Cette étude a examiné l'influence de la substitution de la poudre SF sur la cinétique d'hydratation et les propriétés mécaniques et microstructurales par le biais d'approches

expérimentales et numériques. Les résultats obtenus dans cette étude fourniront les connaissances nécessaires à la valorisation de la poudre fine du RCA en tant qu'ajout minéral dans la fabrication du béton. Sur la base des résultats obtenus dans cette étude, la poudre fine peut être utilisée comme ajout minéral pour remplacer le filler calcaire dans le béton. Sachant que la norme NF EN 206-1 autorise l'utilisation de niveaux de substitution du calcaire allant jusqu'à 20 % en masse, l'utilisation de la poudre de SF comme ajout minéral peut être une solution pour les déchets de démolition.

Influence of fine recycled concrete aggregates use on the hydration kinetics and mechanical–microstructural properties of hydrated cement: experimental and numerical approaches.

Authors: Yassine ABRIAK^{1,2,3}, Duc Chinh CHU^{1,2}, Walid MAHERZI^{1,2}, Mahfoud BENZERZOUR^{1,2}, Patrice RIVARD³.

¹ IMT Nord Europe, Institut Mines-Télécom, Centre for Materials and Processes, F-59500, Douai, France

² Univ. Lille, Institut Mines-Télécom, ULR 4515 – LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement, F-59000, Lille, France

³ Université de Sherbrooke, Department of Civil and Building Engineering, Sherbrooke, Canada

Journal title: Construction and Building Materials

Link to the article: [10.1016/j.conbuildmat.2023.133769](https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133769)

2. Abstract

The purpose of this study was to investigate the influence of fine powder (SF fines) obtained from recycled concrete aggregate on the hydration kinetics and mechanical–microstructural properties of hydrated cement through experiments and three-dimensional microstructural modelling using CEMHYD3D. Mixtures prepared with different substitution levels ranging from 0 % to 30 % by volume were examined. The experimental results indicated that the presence of calcite (CaCO₃) and residual hydrates in SF powder accelerated the hydration of cement phases, particularly the C₃A and C₃S phases, at early ages. Increasing the SF fines substitution level led to an increase in the degree of hydration (DoH) of cement compared to that of the reference. The compressive strengths of mortars decreased with SF powder substitution levels; however, a substitution rate of 10 % led to a strength comparable to that of the reference. The modelling results also indicated that increasing the SF fines substitution level increased the DoH of cement. However, at very early ages, the hydration retardation of

individual cement phases increased with increasing SF powder substitution levels, particularly for the C3A and C4AF phases. The findings of the study suggest that SF fines can act as fillers, increasing the nucleation zones for cement hydration reactions, and as silico-aluminous sources for pozzolanic reactions.

Keywords: Recycled concrete, Hydration, cement, supplementary cementitious materials modeling, microstructure, CEMHYD3D.

3. Introduction

Cement is one of the most widely used materials worldwide with an annual production of 4.6 billion tonnes [68]. However, cement production is also responsible for 5 % to 8 % of global CO₂ emissions [139]. In recent years, the development of concrete mixtures with less ordinary Portland cement (OPC) has become a key target for the cement industry to reduce CO₂ emissions and energy consumption. Therefore, using supplementary cementitious materials (SCMs) in cement mixtures is an effective way to reduce the OPC content of concrete [140,141]. Numerous mineral additions such as fly ash, granulated blast-furnace slag, and metakaolin have demonstrated feasibility of partial cement replacement in concrete with the potential to improve the mechanical–microstructural properties and durability of cement. However, the availability of such SCMs is insufficient considering the annual demand for concrete manufacturing. Therefore, all promising materials should be investigated to replace some or all conventional SCMs. According to the French Agency for Environment and Energy Management, the construction sector generates 224 Mt of waste annually, which is approximately 70 % of the total waste produced in France [142]. Construction and demolition waste produced by demolition/dismantling, rehabilitation/ renovation, and new building activities accounts for over 20 % of all construction-related waste. Several previous studies have demonstrated that recycled concrete aggregates (RCAs) can be used in various applications such as aggregates for concrete manufacturing [49,105,143–146], aggregates for road construction [60], raw materials in raw meal for clinker production [110–112], or SCMs [80,81,113,147,148]. Experimental results have indicated that the incorporation of RCAs alters the properties of concrete, including its workability, compressive strength, and durability. In fact, recycled concrete contains a fraction of residual cement paste. This residual cement fraction makes the cementitious materials based on RCAs more porous than natural materials, which has an effect on the water demand and porosity of the new concrete produced, and

consequently affects their performances. Additionally, it has been shown that the reuse of the fine fraction of RCAs is even more difficult than that of the presence of impurities such as soluble sulfate, which can have a direct influence on the durability of mortars and concrete [46,117]. The influences of RCAs on concrete properties also differ depending on the substitution rate, quality, and origin of fine aggregates. Oksri-Nelfia et al. [80] investigated the influence of reused crushed concrete fines (RCCF) as a mineral additive on the mechanical performance and reactivity of hydrated cement in comparison to that of limestone filler (LF). The results indicated that the effects of RCCF were very similar to those of LF, including an accelerating effect and increase in the hydration rate of cement. However, the coefficient of activity of RCCF calculated from compressive strength testing results decreased with increasing RCCF substitution rates. In contrast to the results obtained in this study, Bordy et al. [68] indicated that fine cement pastes did not provide any additional filler effects or nucleation sites, but contributed to mechanical properties and carbonation resistance through their residual anhydrous clinker. Although numerous interesting results were obtained in these studies, they did not precisely indicate the impact of RCCF substitution on the hydration kinetics of individual cement phases, hydration product formation, or the microstructure of hydrated cement.

4. Research significance

The main aim of this study was to investigate the influence of fine powder (SF powder) substitution obtained from RCA on the hydration kinetics of cement phases, their microstructure, and the mechanical properties of mortars through experiments and numerical simulations. Experimental analyses such as isothermal conduction calorimetry, thermogravimetric analysis (TGA), and mercury intrusion porosimetry (MIP) were used to investigate potential changes in the hydration behaviour and microstructure of cement pastes with and without SF powder. The impact of the substitution of cement by SF powder has been identified and quantified by monitoring the evolution of the degree of hydration (DoH) of cement pastes. This demonstrated that SF powder can act as fillers, by increasing the nucleation zones for cement hydration reactions, and probably as silico-aluminous sources for pozzolanic reactions. Virtual cement pastes were studied using CEMHYD3D to predict the impact of SF powder substitution on the hydration rates of individual cement phases, as well as the microstructural evolution of hydrated cement over time. This is the first study that

enhanced understanding of the impact of SF powder incorporation on blended cement hydration. Indeed, the numerical hydration model CEMHY3D enabled us to demonstrate the influence of SF powder on the degrees of hydration (DoHs) of C_3S , C_2S and C_3A

5. Materials and methods

5.1. Materials

Cement used in this Ordinary Portland Cement (OPC) type CEM I 52.5 was used in the study. The RCAs ($D_{max} = 16$ mm) were collected from a building demolition site in Saint-Ouen, France. They were dried at a constant temperature of 40 °C until reaching a constant mass before being manually sieved to obtain a particle size smaller than 45 μm (SF powder). The specific densities of the cement and SF powders were measured using a helium pycnometer (Accupyc 1330). The particle size distributions were measured according ISO 13320 (2020) and using a laser diffraction device (COULTER type 13320). The technique used is dry particle size analysis, i.e. the samples are dried before being analysed using the instrument's dry module. The specific surface area was determined using the Bruaner–Emmett–Teller (BET) method, which are analyses using liquid nitrogen. Chemical compositions were determined based on X-ray fluorescence. The physical properties and chemical compositions of the materials are listed in Tableau 3.1.

Compared to the CEM I cement, the specific density of the SF powder was significantly lower, whereas its BET surface area was much higher. This is likely a result of the presence of attached hardened cement paste in the SF powder, as indicated in a previous study [81]. The chemical compositions of the CEM I cement and SF powder were also very different. Excluding SiO_2 , the contents of major oxides such as CaO , Al_2O_3 , and Fe_2O_3 in the SF powder were significantly lower than those in the CEM I cement.

The mineralogical composition of the SF powder as determined by Xray diffraction (XRD) is presented in Figure 3.1. The main mineralogical phases in the SF powder are quartz (SiO_2) and calcite (CaCO_3). As expected, ettringite (Aft) and mono-carboaluminate were also identified in the SF powder. However, $\text{Ca}(\text{OH})_2$ was not detected in the SF powder. This can be attributed to the carbonation of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ to form CaCO_3 , as reported previously [80].

Tableau 3. 1. Physical properties and chemical composition of materials

Properties	CEM I 52.5 N	SF powder
Density (g/cm ³)	3.15	2.33
BET (cm ² /g)	9800	100 265
d ₁₀ (μm)	1.31	1.78
d ₅₀ (μm)	12.8	14.2
d ₉₀ (μm)	68.0	44.7
Chemical composition		
Oxides	CEM I 52.5 N	SF powder
SiO ₂	19.95	17.08
Al ₂ O ₃	5.31	1.89
Fe ₂ O ₃	2.98	0.57
CaO	63.75	11.39
SO ₃	3.03	0.40
K ₂ O	0.93	0.22
MgO	0.86	0.53
TiO ₂	ND	0.07
MnO	ND	ND
K ₂ O	0.93	0.22
SrO	ND	ND
LOI (950°C)	1.96	67.58
Total	98.01	99.95

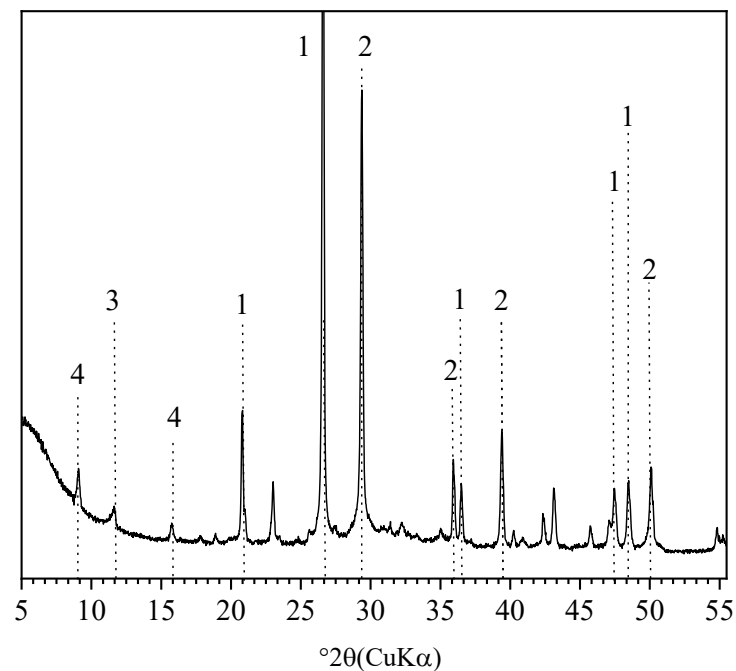


Figure 3. 1. XRD patterns of SF powder (1) Quartz, (2) Calcite, (3) Mono-carboaluminate and (4) Ettringite.

5.2. Methods

In this study, multi-technique approaches including isothermal conduction calorimetry, thermogravimetric, TGA, XRD and MIP and compressive strength tests were used to study the influences of SF powder on the hydration of blended cement and its mechanical–microstructural properties.

5.2.1. Preparation of cement pastes

Cement pastes were prepared with a constant ratio by volume between water and solids for TGA, XRD, and MIP analyses. The absorbed water rate (W_{abs}) of the SF powder was determined using the method proposed by Sedran [149]. Tableau 3.2 lists the compositions of all mixtures with SF powder substitution levels of 0 % (Mref), 10 % (MSF 10), 20 % (MSF 20), and 30 % (MSF 30) by volume, which correspond to levels of 0 %, 7.6 %, 15.6 %, and 24.1 % by mass, respectively. The cement pastes (cement, water and SF powder) were first mixed at 1600 rpm for 5 min. They were then transferred into small containers and rotated for 6 h to prevent segregation and blending of the cement during setting. Finally, the cement pastes were demolded after 24 h and cured in water at a constant temperature of 20 °C until the time of analysis. Hydration of the cement pastes was stopped using the solvent exchange method [150]. Samples with dimensions of 1×1×1 cm were immersed in an isopropanol solution for

three days and then stored in a desiccator under vacuum for seven days to remove the remaining isopropanol.

Tableau 3. 2. Composition of cement pastes.

Cement pastes	Cement (g)	SF (g)	W_{eff} (g)	W_{abs} (g)	$W_{eff}/(C+SF)$
Mref	100	0	40	0	0.40
MSF10	90	7.4	40	2.03	0.41
MSF20	80	14.8	40	4.07	0.42
MSF30	70	22.2	40	6.10	0.43

5.2.2. Hydration heat of cement pastes

Because the hydration reactions of cement are exothermic, potential changes in hydration heat may be related to changes in the hydration kinetics of blended cements. Isothermal conduction calorimetry was used to determine the heat flux released from the hydration reactions of the cement pastes. For each mixture, 10 g of paste was prepared by mixing cement, SF powder, and water for 2 min at 1600 rpm according to the ratios listed in Tableau 3.2 The pastes were then introduced into cells and placed inside an isothermal calorimeter. The heat of hydration was measured for 72 h.

5.2.3. Degree of hydration of cement pastes (DoH)

TGA was performed to determine the degree of hydration (DoH) of blended cements over time by measuring the chemically bound water amount of cement pastes. The DoH can be calculated according to Eq (1):

$$\alpha(t) = \frac{W_n(t)}{W_n(\infty)} \quad (1)$$

Where:

$\alpha(t)$: Degree of hydration of cement after t days of hydration.

$W_n(t)$: Chemically bound water amount in the cement paste after t days of hydration (in grams of water per 100 g of anhydrous cement)

$W_n(\infty)$: Ultimate chemically bound water amount corresponding to the complete hydration of cement (in grams of water per 100 g of anhydrous cement).

For TGA, the completely hydrated cement pastes were first ground to obtain a particle size smaller than 45 μm . Next, 100 mg of the powder was calcined using a METTLER Toledo device under inert atmospheric conditions in a temperature range from 40 to 1000 $^{\circ}\text{C}$ with a heating rate of 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Finally, the amount of chemically bound water was calculated according to Eq (2):

$$W_n(t) = \frac{\text{mass loss (105}^{\circ}\text{C}-450^{\circ}\text{C)}}{\text{mass sample}} * 100 \quad (2)$$

With:

Mass loss (105 $^{\circ}\text{C}$ – 450 $^{\circ}\text{C}$): mass loss of samples between 105 $^{\circ}\text{C}$ and 450 $^{\circ}\text{C}$ on the TGA curve corresponding to the decomposition of hydration products as the C-S-H [151,152], ettringite [153] and $\text{Ca}(\text{OH})_2$ [75,154].

Mass sample: Mass of samples after the calcination.

The $W_n(\infty)$ values of blended cements depend primarily on their mineralogical compositions, as well as the type and substitution level of mineral addition. For CEM I cement, $W_n(\infty)$ may be derived from the ultimate amount of chemically bound water in individual clinker phases, as proposed by the National Institute of Standards and Technologies (NIST). In the case of blended cement, the chemical activity coefficient of the SF powder was used to convert the SF powder content into an equivalent content of pure cement. The reactivity of the SF powder was estimated using Frattini's test according to the NF EN 196–3 standard [155] and isothermal conduction calorimetry was only performed on the SF powder paste. The results indicated that the SF powder did not exhibit pozzolanic activity or residual hydration reactions with the attached cement paste. Therefore, it can be considered chemically inert mineral with a chemical activity coefficient $k = 0$. In blended cement, the equivalent binder quantity can be calculated as follows:

$$\text{Leq} = m_c + k * m_A \quad (3)$$

Where Leq , m_c , m_A are the mass of equivalent binder, mass of pure cement and mass of mineral addition, respectively.

The $W_n(\infty)$ values of equivalent blended cements are listed in Tableau 3.3.

Tableau 3. 3. Ultimate chemically bound water of blended cements.

Phases	NIST coefficient	CEM I 52.5N	M _{SF-10}	M _{SF-20}	M _{SF-30}
C ₃ S	0.24	62.66	57.90	52.88	47.58
C ₂ S	0.21	13.64	12.60	11.51	10.35
C ₃ A	0.4	10.65	9.84	8.99	8.09
C ₄ AF	0.37	9.46	8.74	7.98	7.18
Gypsum	0	3.00	2.77	2.58	2.28
CaO _{free}	0.33	0.60	0.55	0.50	0.45
SF powder	-	0	7.60	15.60	24.07
Total	-	100	100	100	100
$W_n(\infty)/100$ g equivalent anhydrous cement	-	25.86	23.89	21.82	19.63

The $W_n(\infty)$ values of blended cements decrease with an increase in the SF powder substitution rate. Additionally, the Ca(OH)₂ content produced per 1 g of blended cement can also be calculated by measuring the mass loss in the temperature range of 400 to 450 °C according to Eq (4) :

$$Ca(OH)_2 = \frac{\text{mass loss (400}^\circ\text{C-450}^\circ\text{C)}}{\text{mass sample}} * \frac{74}{18} \quad (4)$$

Here,

mass loss (400–450 °C): mass loss of cement paste between 400 and 450 °C.

5.2.4. Hydration product assemblage

An increase in the substitution amount of SF powder can lead to a change in the hydration product assemblage of blended cements. XRD analysis was used to identify the hydration products formed during the hydration of blended cement over time. The completely hydrated cement pastes were manually ground to reach a particle size smaller than 65 μm and then

analysed using a Bruker D2 Advance device equipped with a Cu anode ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$). Measurement was conducted under 40 kV–40 mA conditions and the 2θ angle was swept from 5° to 80° with a step size of 0.02° .

5.2.5. Compressive strength of mortars

Compressive strength development was evaluated by measuring the strength of standard mortar. Samples ($40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$) were prepared according to the NF EN 196–1 standard [156] with the compositions listed in Tableau 3.4. The mortar samples were demolded after 24 h and then cured under saturated conditions at a constant temperature of 20°C until testing time. The strength of the mortars was measured after 7, 28, and 56 d of curing using an RP 400 DC/LC press with a maximal load of 400 kN and displacement rate of 144 mm/min.

Tableau 3. 4. Composition of mortar used in the compressive strength test.

Mortar	Cement (g)	SF (g)	Sand (g)	W_{eff}	W_{Abs}	$W_{\text{eff}}/(C+SF)$
M_{ref}	450	0	1350	180	0	0.40
MSF10	405	33.3	1350	180	9.2	0.41
MSF20	360	66.6	1350	180	18.3	0.42
MSF30	315	99.9	1350	180	27.4	0.43

5.2.6. Microstructure

Microstructures were studied by measuring the total porosities and pore size distributions of the cement pastes after 56 d of curing using the MIP technique. Completely hydrated cement paste samples with dimensions of $1 \times 1 \times 1 \text{ cm}$ were analysed using an Autopore IV device. This instrument has a maximum applicable pressure of 200 MPa and minimum pore diameter of 6 nm.

6. Experimental results and discussion

6.1. Hydration heat

The normalised hydration heat flux per 1 g of cement is presented in Figure 3.2. The heat flux curves indicate that the SF powder strongly modified the hydration kinetics of the blended cements compared to the reference. These changes occurred immediately after mixing at different rates depending on the substitution level of SF powder in the cement paste. To assess

the potential influence of SF powder on cement hydration precisely, these hydration heat curves were divided into three periods for detailed analysis.

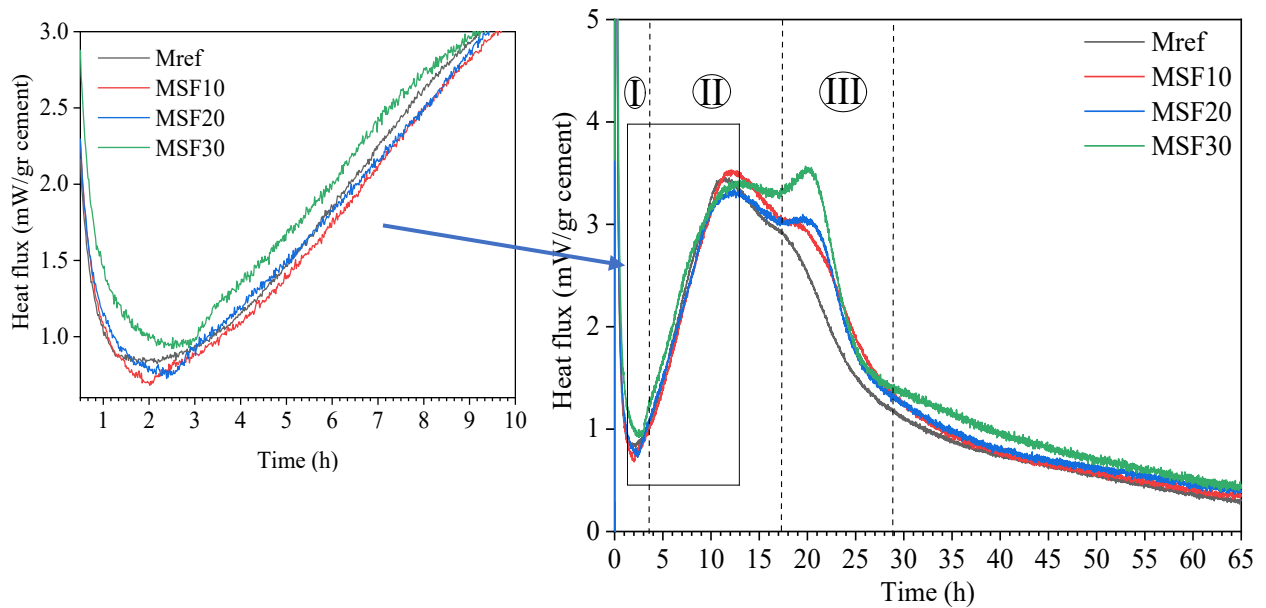


Figure 3. 2. Hydration heat of cement pastes measured by isothermal conduction calorimetry analysis.

The changes in the hydration of cement pastes containing SF powder can be detailed as follows:

- Period (I): The heat released during this period can be attributed to the hydration reactions of CaO_{free} , gypsum, and C_3A [157]. Because the amounts of CaO_{free} and gypsum were much lower than that of C_3A , the change in peak magnitude during this period may be related to the change in the hydration rate of C_3A . However, the effects of the SF powder during this period are marginal, except in the case of the MSF 30 paste. The hydration rates of the MSF 10 and MSF 20 pastes were similar to those of the Mref paste, whereas MSF 30 exhibited a significant decrease in its first peak and longer dormant period. This retardation is likely a result of the higher BET surface area of the SF powder compared to cement, as reported in a previous study [158].
- Period (II): The hydration reaction of C_3S primarily contributed to the hydration heat liberated during this period. One can see that the hydration heat of the cement pastes increased with the substitution level of SF powder. This can be attributed to an increase in the hydration rate of C_3S in the blended cement. The SF powder provided additional surface area for the nucleation and growth of hydration products [80,159,160], which accelerated the hydration rate of C_3S . Additionally, the presence

of residual hydration products in SF powder may accelerate the hydration rate of C_3S , as indicated in a previous study [161].

- Period (III): Different hydration reactions, including the secondary formation of ettringite (AFt), conversion of AFt to monosulfoaluminate (AFm), and hydration of C_3A and C_4AF , may be sources of the hydration heat liberated during this period [157]. As expected, the SF powder had a more significant influence on the hydration kinetics of cement during this period than during period (II). The peak magnitudes increased significantly with increasing substitution levels of SF powder in the blended cements. This result can be explained as follows. (1) SF powder reduces the gypsum content in blended cements, resulting in the acceleration of the hydration of C_3A [162]. (2) $CaCO_3$ in the SF powder also contributes to an increase in the hydration rate of C_3A , as indicated in a previous study [162].

6.2. DoH

The DoHs of the blended cements over time are presented in Figure 3.3. The DoH measurements indicate that the SF powder significantly improved the hydration of the blended cement compared to the reference cement. The DoH of the cement increased with increasing SF powder substitution levels, particularly for the MSF 20 and MSF 30 pastes. For example, the DoH of the MSF 10 cement was 7.4 % higher at 7 days and 7.7 % higher at 56 days compared to the Mref cement, whereas for the MSF 30 paste, the DoH of was 14.5 % and 26.3 % higher at 7 and 56 days, respectively, compared to the reference. The increase in the DoH of cement containing SF powder can be attributed to the accelerating effect of SF powder [163–165] and an increase in the water-to-cement ratio in blended cement pastes, leading to the enhancement of cement hydration [166].

Figure 3.4 presents the $Ca(OH)_2$ content produced by cement hydration normalised per 100 g of anhydrous blended cement. For all mixtures, the $Ca(OH)_2$ content increased over time. However, as expected, compared to the reference, the $Ca(OH)_2$ amount decreased with increasing SF powder substitution levels. This decrease in $Ca(OH)_2$ content was principally caused by the dilution effect of the cement in mixtures containing SF powder. Therefore, to gain a better understanding of the impact of SF powder substitution levels on cement hydration, Figure 3.5 presents the $Ca(OH)_2$ amounts measured experimentally and $Ca(OH)_2$ contents calculated from the $Ca(OH)_2$ contents of the Mref cement, including the dilution effect.

Based on the results presented in Figure 3.5, it can be concluded that for the same clinker content, the Ca(OH)_2 content formed by the hydration of mixtures containing SF powder was greater than that formed by the reference cement and that it increased with increasing SF powder substitution levels. This confirms that the SF powder accelerated the hydration rate of the cement, as indicated by the DoH measurements.

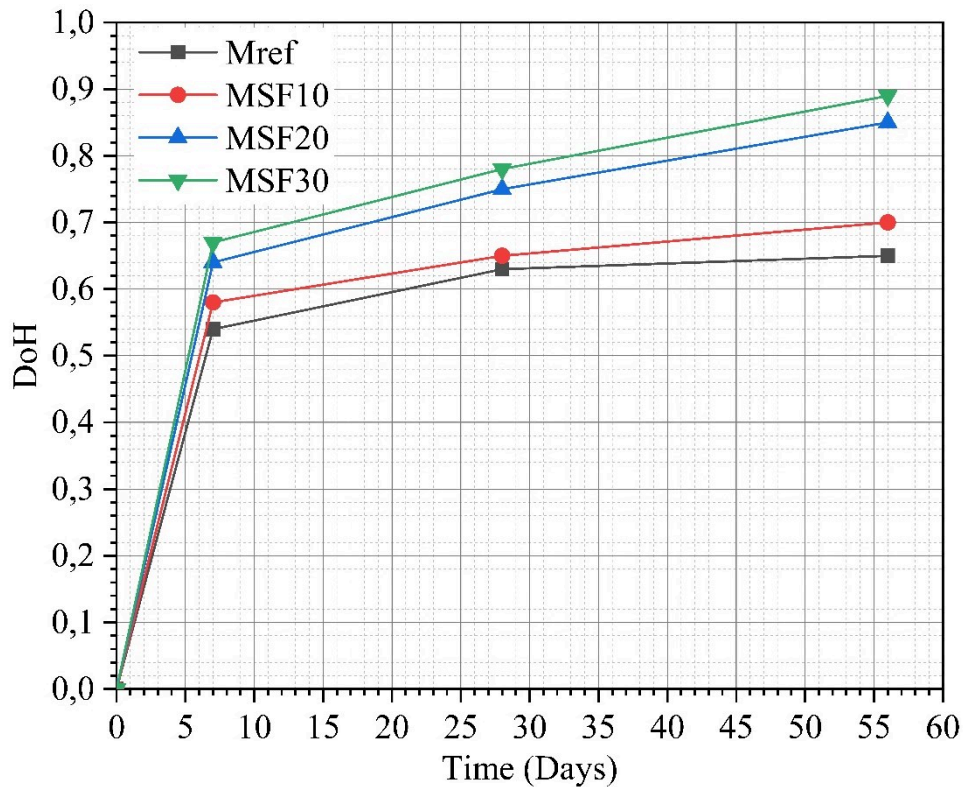


Figure 3. 3. DoH of cement pastes over hydration time measured by TGA analysis.

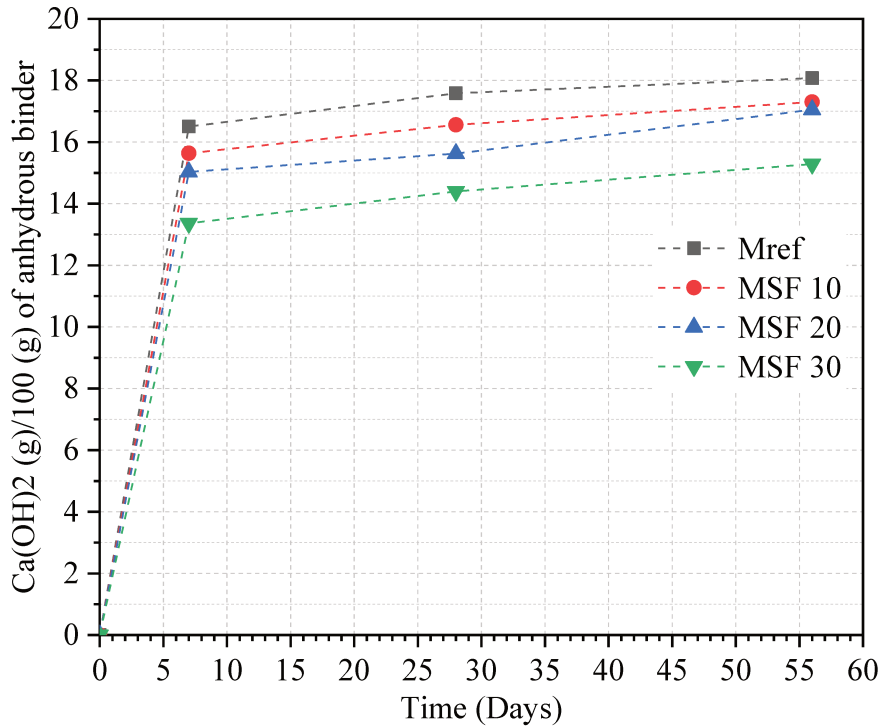


Figure 3. 4. Ca(OH)_2 content formed from the hydration of 100 g of anhydrous blended cement.

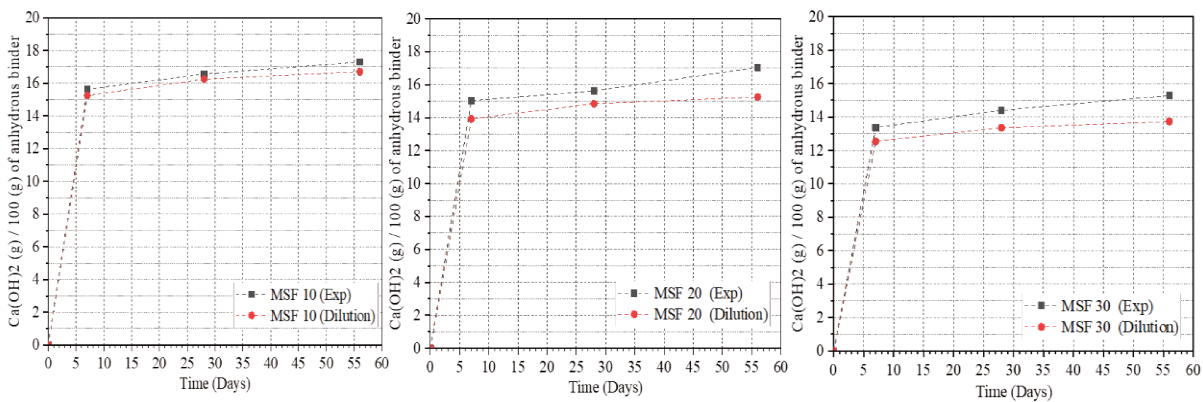


Figure 3. 5. Portlandite-to-anhydrous blend ratios of cement pastes containing SF powder over time: experimental measurements and theoretical ratios considering the dilution of cement content.

6.3. Hydration products of mixtures

The XRD patterns of the cement pastes after 7 and 56 days of curing are presented in Figure 3.6. In general, the hydration products formed in pastes containing SF powder were the typical hydrates used for cement hydration. However, one can see that the amount of ettringite (showed peaks at 2θ of 9 and 16) increased with an increasing substitution level of SF powder.

This can be explained by that the amount of the C_3A phase in the blended cement was lower than that in the reference cement (Tableau 3.3), the increase in the amount of ettringite in the blended cement pastes can largely be attributed to the acceleration of cement hydration, which led to the increased formation of ettringite. Additionally, the ettringite in the SF powder (Figure 3.1) contributed to an increase in the ettringite content in the blended cement pastes compared to the reference.

In addition to the increase in ettringite content, at early ages (7 d), SF powder substitution also increased the content of hemi- and monocarboaluminate (showed peaks at 2θ of 11 and 12: peaks 5 and 6). However, in the long term (56 d), the hemi-carboaluminate content decreased with an increase in mono-carboaluminate content for all cement pastes. Because hemi- and mono-carboaluminate were formed by the reaction between $CaCO_3$ and C_3A [159,167], the increase in the content of these hydrates in cement pastes containing SF powder can largely be attributed to the increased $CaCO_3$ contents of these cements compared to the reference cement.

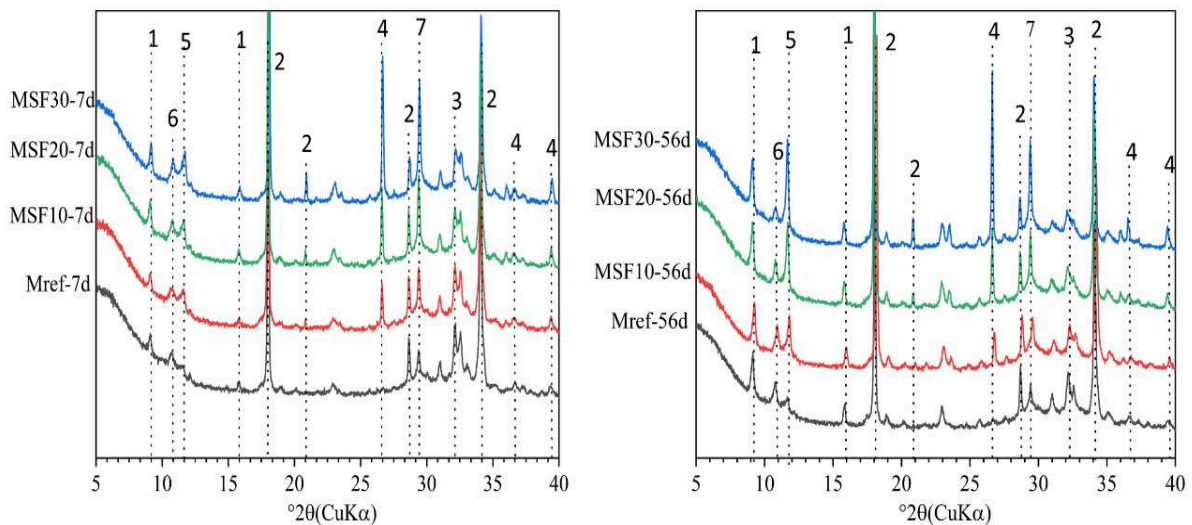


Figure 3. 6. XRD patterns of cement pastes over hydration time (1) Ettringite (AFt), (2) Portlandite, (3) C3S, (4) Quartz, (5) Monocarboaluminate; (6) AFm, (7) Calcite.

6.4. Compressive strength

The compressive strengths of mortars over time are presented in Figure 3.7. The result indicated that the strengths of mortars decreased with an increase in the substitution levels of SF powder. However, the strength of the MSF 10 mortar was comparable to that of the reference mortar. These findings can be attributed to the following factors. (1) SF fines act as fillers and therefore increase nucleation zones. (2) An increase in the DoH of cement in the

mortars containing SF powder resulted in the formation of more hydration products, which compensated for the cement dilution effect. (3) The stabilisation of Aft and formation of hemi- and mono-carboaluminate increased the solid volume in the hydrated cement [168], improving its mechanical properties. Furthermore, some references in the literatures [169] indicates that the decalcification of hydrates presents in the old paste (C-(A)-S-H), following carbonation of RCAs, leads to the release of silica and alumina, which contribute to pozzolanic reactions. This explains the higher degrees of hydration (DoH) for formulations containing SF.

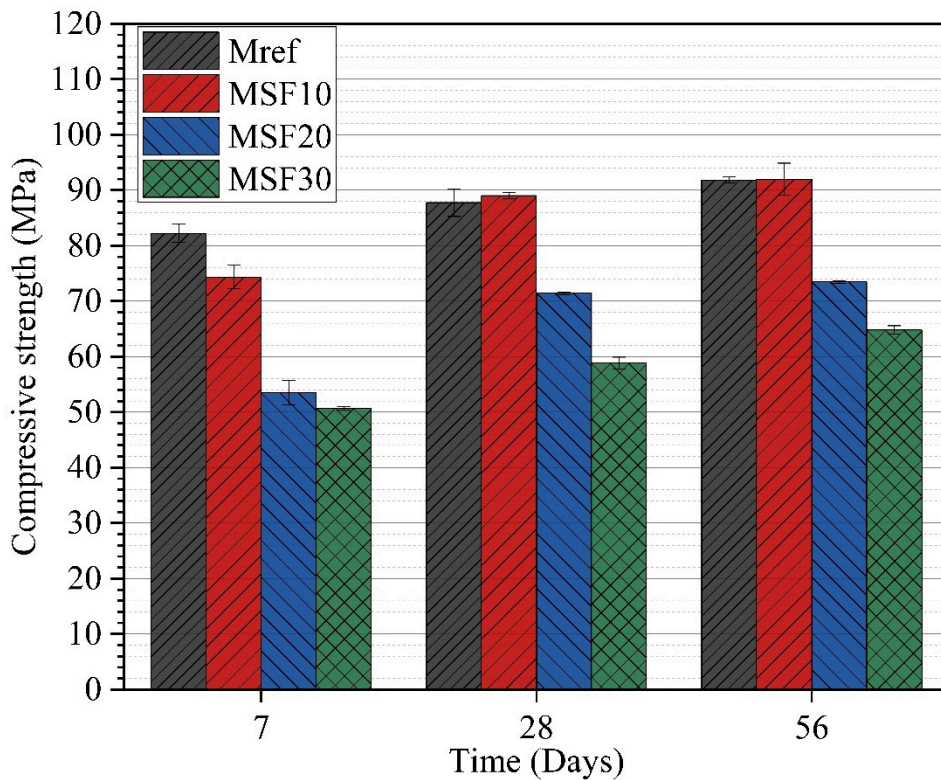


Figure 3. 7. Compressive strength development of mortars over time.

6.5. Microstructure

The porosities of the cement pastes after 56 d of hydration as measured by the MIP technique are presented in Figure 3.8(a). For all the mix, the porosity of all cement pastes decreased with increased hydration time. It indicates that the results of the porosity of the mixtures increased with increasing substitution levels of SF powder. The initial efficient water-to-solid ratio by volume of the cement pastes was constant and the DoHs of the blended cements were higher than that of the reference, the increase in the porosity of cement pastes containing SF powder was likely caused by the following factors. (1) Increasing the substitution levels of SF powder led to an increase in the water-to-cement ratio in blended cement pastes, resulting in an

increase in porosity [170,171]. (2) The remaining porosity of the SF powder could also increase the porosity of the mixtures, as reported in a previous study [81].

The pore size distributions of cement pastes measured using the MIP technique are presented in Figure 3.8(b). Despite SF powder substitution increasing the porosity of the blended cement pastes, the critical pore diameters of these pastes were relatively consistent in a range of 0.01 to 0.1 μm , which corresponds to medium capillary pores. Additionally, one can see that the capillary pore volume increased with increasing SF powder substitution levels. This was principally caused by an increase in the water-to-cement ratio in the blended cement pastes, resulting in increased capillary pore formation, as mentioned in previous studies [157,160].

Chapitre 3 : Influence des fines recyclees issu de granulats de beton recycles sur la cinetique d'hydratation et les proprietes mecanique et microstructurale- approche experimentale et numerique

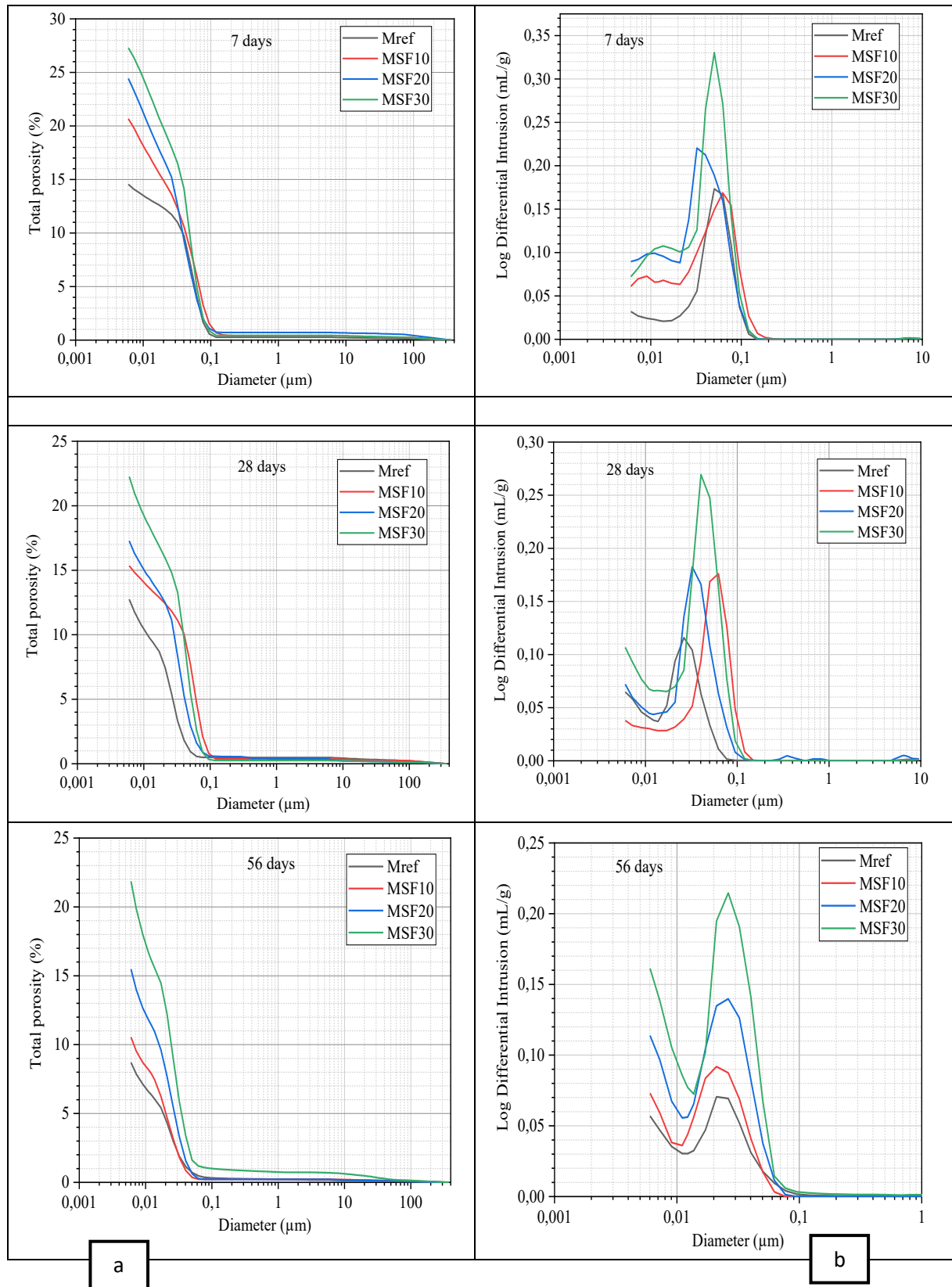


Figure 3. 8. (a) Porosities of cement pastes curing time as measured by the MIP technique; (b) Pore size distributions of cement pastes at different curing time as measured by the MIP technique.

6.6. Numerical modeling of cement hydration using the CEMHYD3D

Cement hydration is a complex physicochemical process consisting of a series of chemical reactions that occur in parallel and successively. Additionally, hydration kinetics are influenced by numerous factors such as the mineralogical composition of cement and curing conditions, particularly for blended cements containing mineral additions. Therefore, the numerical modelling of the cement hydration process plays a very important role in gaining a better understanding of the influences of different parameters on hydration mechanisms, as well as mechanical–microstructural properties. Numerous models have been employed for modelling cement hydration, including analytical models [172], semianalytical models, thermodynamic models, and models associated with the development of microstructures (CEMHYD3D, HYMOSTRUC) [172,173]. Based on the results obtained in previous studies [158,174], CEMHYD3D was adopted in our study to simulate the hydration of cement pastes. The model results provide additional information that is helpful for understanding the influence of SF powder substitution levels on the hydration of blended cement. It should be noted that the amount of water absorbed by the SF powder could not be modelled, so the virtual cement pastes were simulated using CEMHYD3D models with efficient water-to-binder ratios, as shown in Tableau 3.2. Additionally, the mineralogical compositions and particle size distributions of the anhydrous cement and SF powder obtained through experimental analyses were used as input data for the models to generate virtual cement pastes with three-dimensional microstructures with typical dimensions of 100×100×100 μm corresponding to 100 pixels on each side. Tableau 3.5 lists the numbers of pixels and contents of individual mineralogical phases of the anhydrous cements modelled using CEMHYD3D. These results indicate good agreement for all cements compared to the experimental results listed in Tableau 3.3.

The composition of each component of the virtual cement paste is listed in Tableau 3.6. The water-to-binder ratios of the virtual pastes were identical to those of the mixtures prepared for the experimental analyses, as listed in Tableau 3.2. The hydration of the virtual cement pastes was simulated using CEMHYD3D under saturated conditions at a constant temperature of 20°C for 28 days. For all simulations, the conversion factor (β) used for converting the model cycles into real time [78,175] was determined using the experimental value of the DoH of the reference cement measured at 7 days. This sample value was also applied to the cement pastes containing SF powder.

Tableau 3. 5. Mineralogical composition of blended cement modeled in the CEMHYD3D.

Phase	Pixels number in the CEMHYD3D			
	Mref	MSF10	MSF20	MSF30
C ₃ S	277580	249954	222195	199072
C ₂ S	59130	53839	47007	42071
C ₃ A	50274	45425	40033	35595
C ₄ AF	36475	32432	29026	25855
Gypsum	17711	17499	15732	7821
SF	0	44166	88496	133061
SF/Blended cement (by volume)	0	9.96	20.00	30.00
Proportion by mass (%. wt)				
Phase	Mref	MSF10	MSF20	MSF30
C ₃ S	63.0	58.1	53.2	48.8
C ₂ S	13.7	12.8	11.5	10.5
C ₃ A	10.8	10.0	9.1	8.2
C ₄ AF	9.6	8.9	8.1	7.4
Gypsum	2.95	2.98	2.77	1.41
SF	0	7.5	15.4	23.7

Tableau 3. 6. Composition of virtual blended cement pastes modeled in the CEMHYD3D.

Component	Number pixels				Proportion by mass (%. wt)			
	Mref	MSF10	MSF20	MSF30	Mref	MSF10	MSF20	MSF30
Cement	441178	399149	353993	310414	71.3	65.6	59.4	53.0
SF powder	0	17499	88496	133061	0.0	5.4	11.0	16.8
Effective water	558822	556685	557511	556525	28.7	29.0	29.7	30.2
W/B					0.40	0.41	0.42	0.43

6.7. Results of numerical modeling

Based on the modelling results, the impact of SF powder substitution levels on cement hydration can be investigated through comparisons to the experimental results. The DoHs of the Mref, MSF 10, MSF 20, and MSF 30 pastes obtained through experimental measurements and numerical modelling are presented in Figure 3.(9-12). In general, the CEMHYD3D model precisely predicted the DoH evolution of the mixtures over time. The modelling results also indicate that the DoH of the cement increased with the SF powder substitution levels, as observed in our experiments (Figure 3.3). However, in comparison to the experimental results, the CEMHYD3D model overestimated the DoH of cement for the Mref and MSF 10 pastes (Figure 3.(9 and 10)), whereas it underestimated the DoH of cement for the MSF 20 and MSF 30 pastes (Figure 3.(11 and 12)). Because the efficient-water-to-binder ratios of the virtual cement pastes were identical to those of the real mixtures, and hydration simulation of virtual mixtures was conducted with the same β value. Therefore, these discrepancies can be attributed to the impact of absorbed water content, which was only present in the real cement pastes. This suggests that the absorbed water added to the blended cement pastes was not completely absorbed by the SF powder, leading to an increase in the water-to-binder ratio in the real cement pastes compared to the virtual cement pastes. This explains why the DoH of cement obtained experimentally was greater than that predicted by the numerical model for the MSF 20 and MSF 30 pastes. In addition to the simulation of the DoH of cement for different cement pastes, the DoH of individual cement phases was also modelled to determine which cement phases were influenced by SF powder substitution to the greatest degree. The DoHs

of the C_3S , C_2S , C_3A , and C_4AF phases of the mixtures are presented in Figure 3.(13 – 16). One can see that SF powder substitution delayed the hydration of all cement phases at very early ages and that this retardation increased with increasing substitution levels. However, the hydration delays are not identical because they depend on the origin of the cement phase. For example, compared to the reference cement, for the silicate phases (C_3S and C_2S), delays were observed only in the cement pastes containing 20 % and 30 % SF powder, whereas for the C_3A and C_4AF phases, a delay in hydration was observed only in the MSF 30 paste. This result can be attributed to the reduced gypsum content in cement pastes containing large amounts of SF powder [176]. As expected, in the long term (56 d), the DoHs of the individual cement phases increased with increasing SF powder substitution levels. However, the accelerating effects of the SF powder on the hydration rates of the individual cement phases were not identical. For example, at 56 d, the DoH of C_3S was 80 % for the Mref paste and 86 % for the MSF 30 paste, whereas the DoHs of C_2S were 56 % and 62 % for the Mref and MSF 30 pastes, respectively. These results correspond to the experimental observations indicating that the reactivity of C_3S was higher than that of C_2S . Additionally, in the long term, the influence of SF powder on the hydration of C_3S , C_2S , and C_4AF was more evident than that on the C_3A phase. The microstructural development of the cement pastes over time simulated by CEMHYD3D is presented in Figure 3.(17 and 18). Representative 2D slices from the three-dimensional microstructures indicate the presence of typical hydration products such as C-S-H, $Ca(OH)_2$, and ettringite, which were also detected in our experiments through XRD analysis. However, the hemi-and mono-carboaluminates identified by XRD analysis were not simulated in the CEMHYD3D models for all mixtures. These 2D slices also reveal that the DoH of the cement increased with increasing SF powder substitution levels. Additionally, the distribution of formed hydrates was similar to the results of experimental observations of cement pastes using scanning electron microscopy [177]. In summary, the modelling results facilitated a more detailed investigation of the impact of SF powder substitution on cement hydration, particularly on the hydration of individual cement phases. Additionally, the model results indicate that the absorbed water rate of the SF powder estimated experimentally may be significantly higher than the actual value.

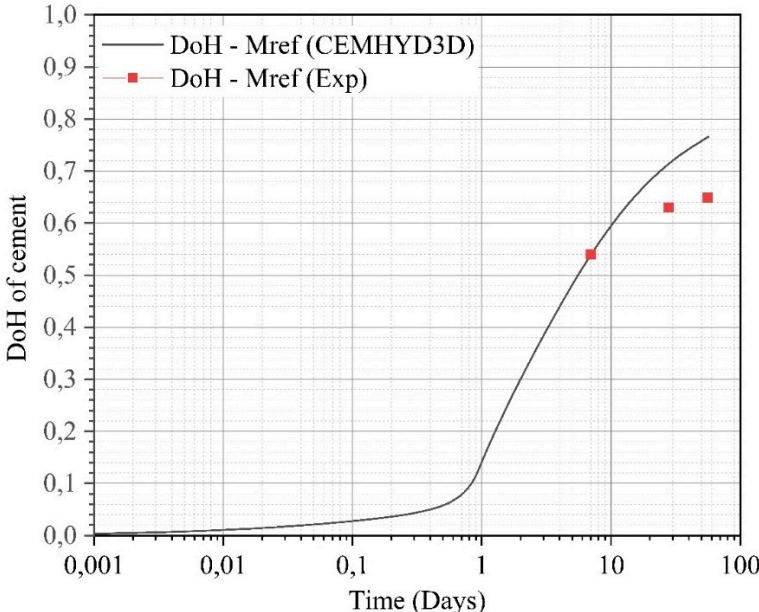


Figure 3. 9. DoH of Mref paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction.

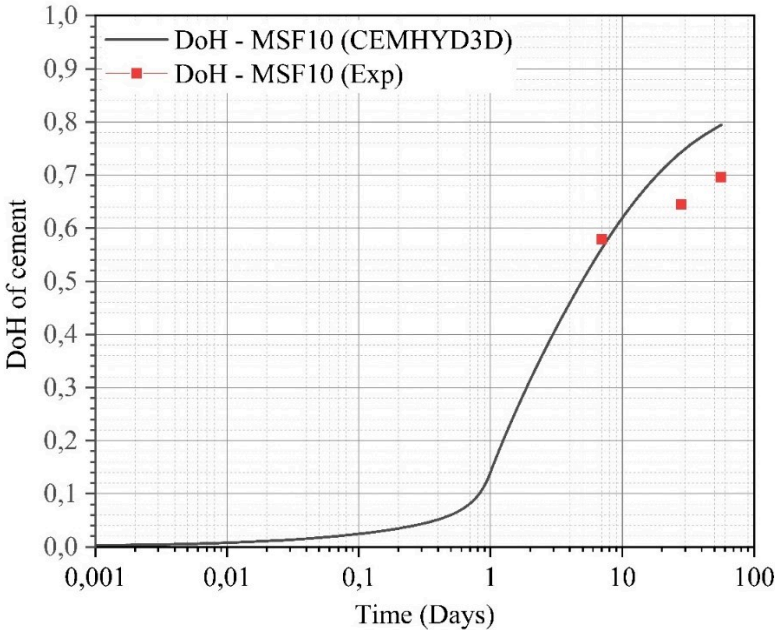


Figure 3. 10. DoH of MSF10 paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction.

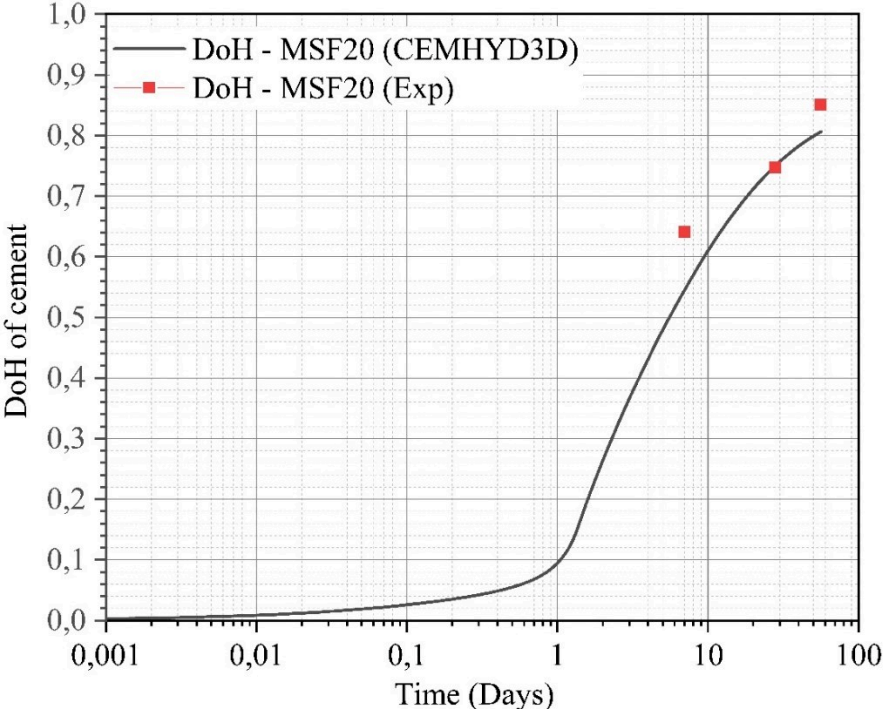


Figure 3. 11. DoH of MSF20 paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction.

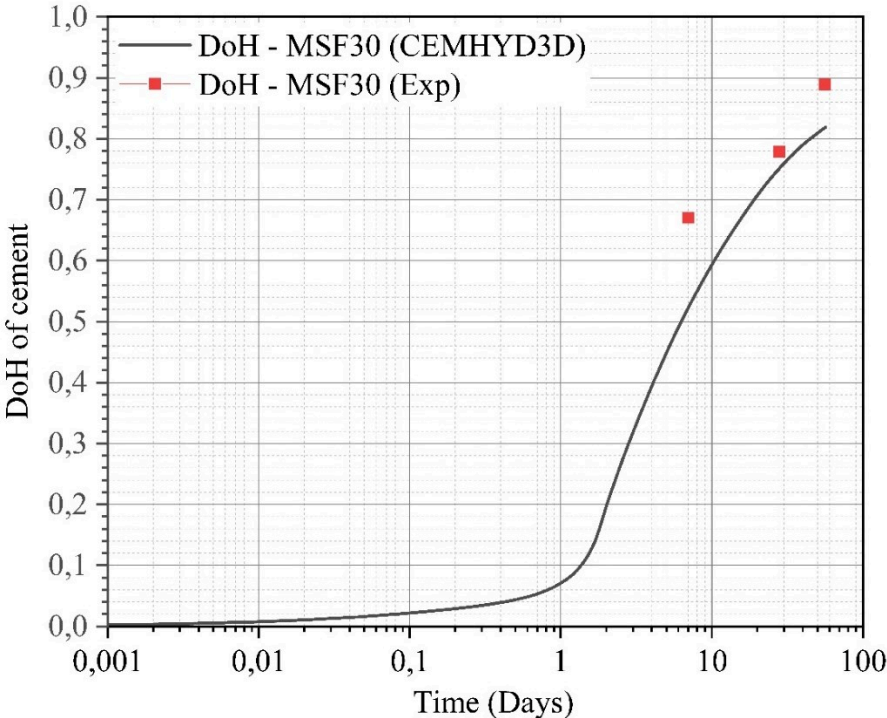


Figure 3. 12. DoH of MSF30 paste over hydration time obtained from the experimental measurement and numerical prediction.

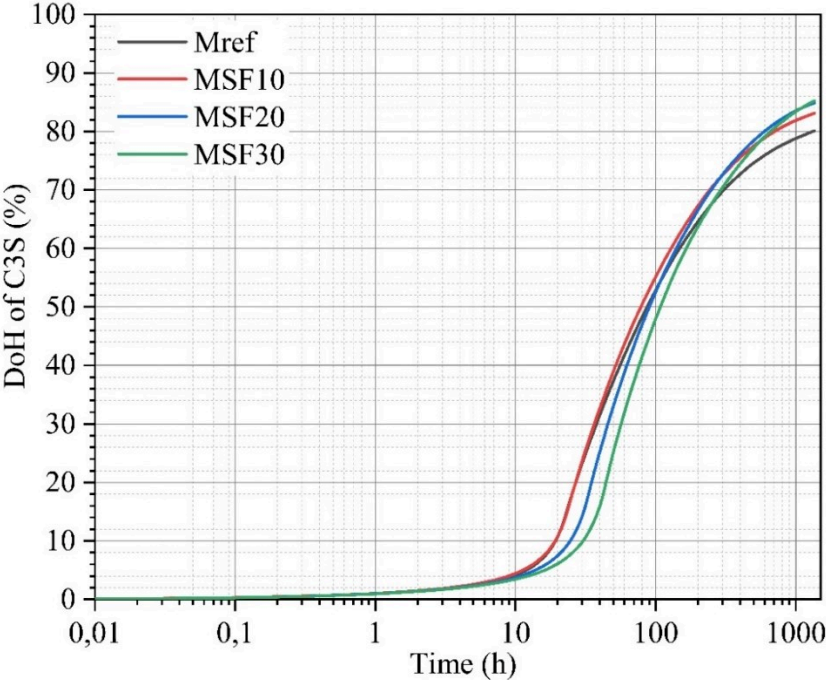


Figure 3. 13. DoH development of C₃S phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D.

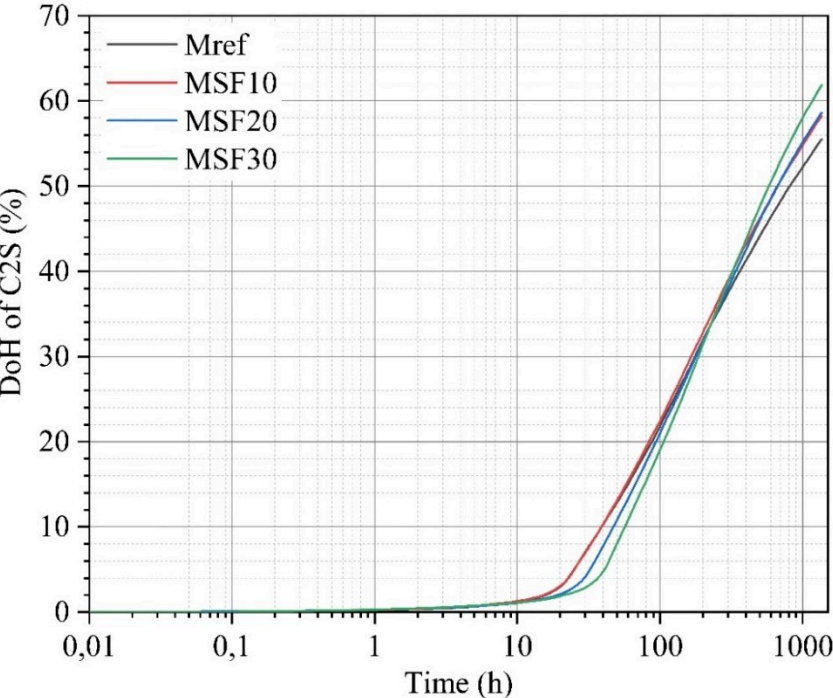


Figure 3. 14. DoH development of C₂S phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D.

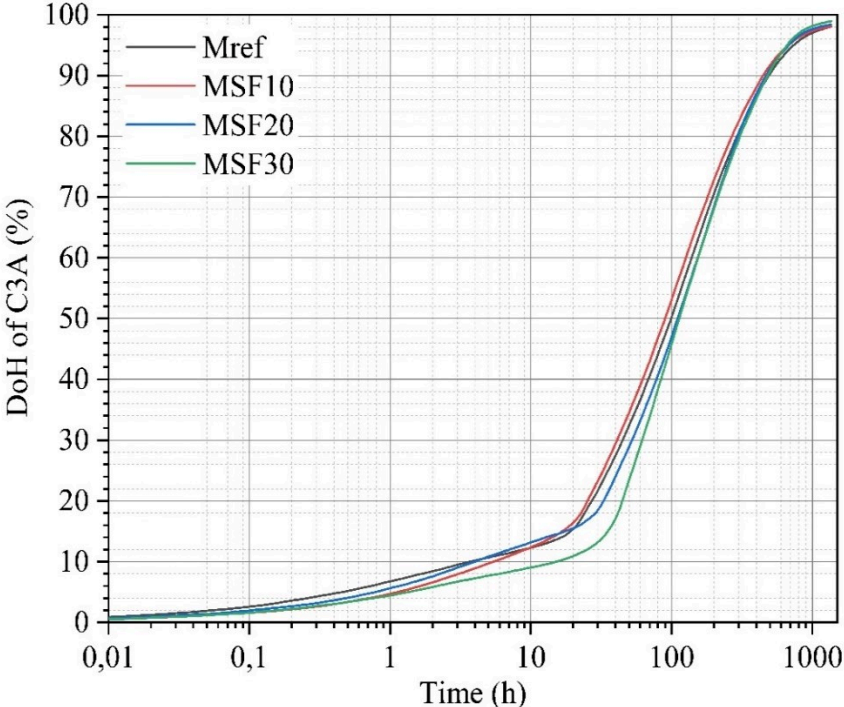


Figure 3. 15. DoH development of C₃A phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D.

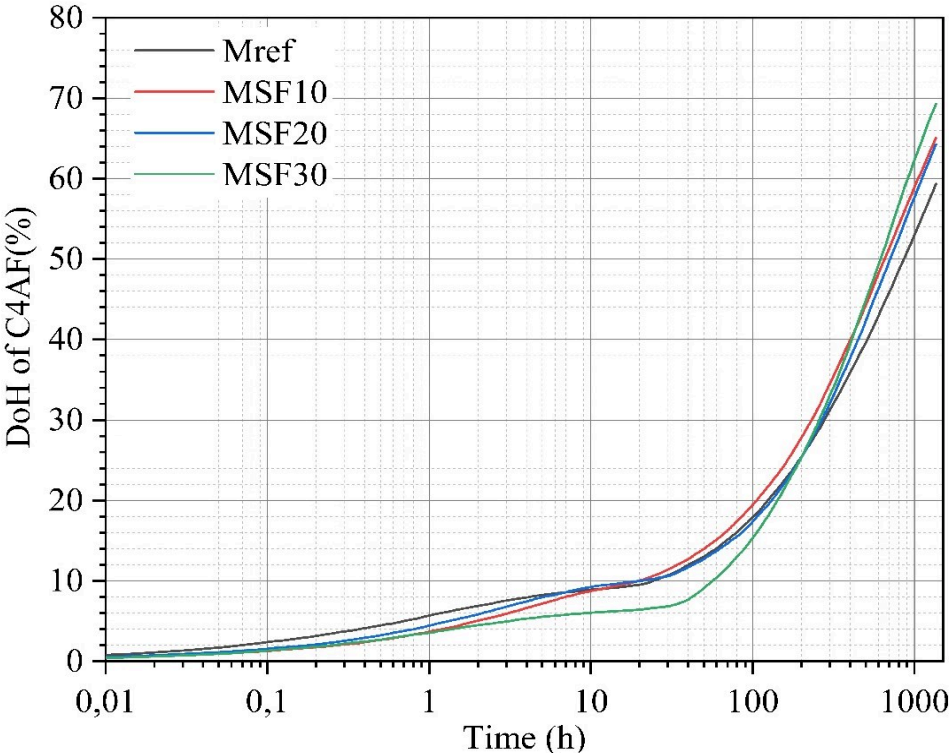


Figure 3. 16. DoH development of C₄AF phase in all cement pastes modeled by the CEMHYD3D.

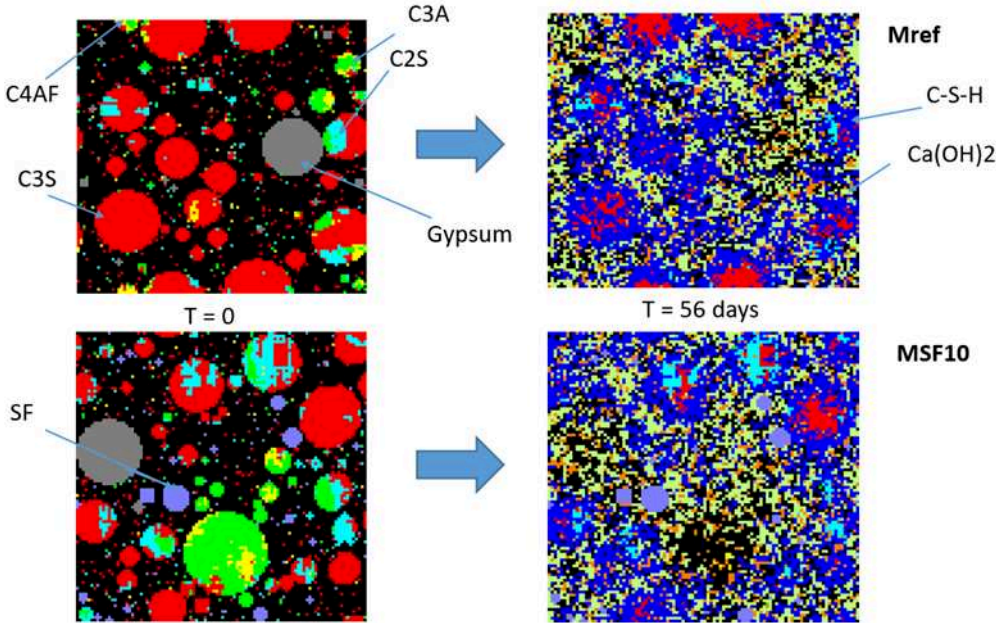


Figure 3. 17. Microstructure development of Mref and MSF 10 pastes over hydration time simulated in the CEMHYD3D.

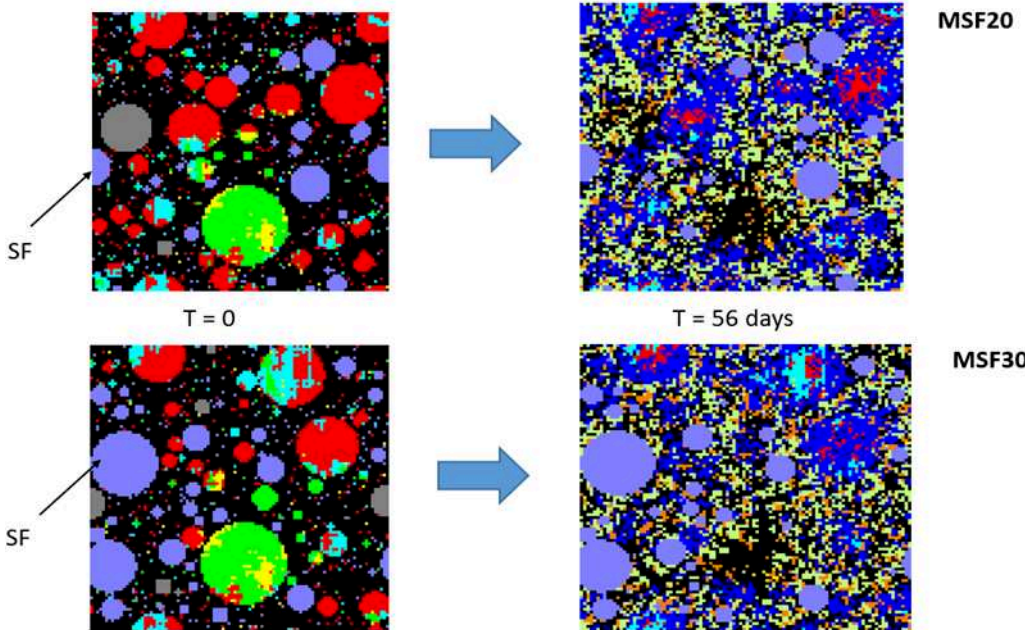


Figure 3. 18. Microstructure development of Mref and MSF 10 pastes over hydration time simulated in the CEMHYD3D.

7. Conclusions

In this study, the influence of SF powder substitution on the hydration kinetics and mechanical–microstructural properties of cement was investigated using experimental and numerical approaches. Based on the experimental and numerical simulation results, the following conclusions can be drawn.

- The main mineralogical components of SF powder are quartz (SiO_2) and calcite (polymorph of CaCO_3). Additionally, a small amount of ettringite content was identified, but no $\text{Ca}(\text{OH})_2$ was detected
- The BET surface area of SF powder is much higher than that of cement ($100\,256\text{ g/cm}^2$ versus 9800 g/cm^2), whereas the SO_3 content was lower than that of cement (0.4 % versus 3.03 %). This increased BET surface area and reduced SO_3 content extended the length of the induction period for cement paste containing 30 % SF powder compared to the reference paste.
- The DoH of the cement increased with increasing SF powder substitution. For example, the DoH of cement with the MSF 10 paste was 7.4 % higher at 7 d and 7.7 % higher at 56 d compared to the reference, whereas for the MSF 30 paste, these values were 14.5 % and 26.3 %, respectively. The high BET surface area and presence of CaCO_3 in the SF powder accelerated the hydration rate of individual cement phases, particularly the C_3A and C_3S phases. Additionally, the CaCO_3 in the SF powder stabilised ettringite against conversion to mono-sulfoaluminate, thereby improving microstructural properties.
- The compressive strength of the mortar decreased with increasing SF powder substitution levels. However, the strength of the MSF 10 mortar was approximately the same as that of the reference mortar after 7 d of curing.
- The porosity of the cement pastes increased with increasing SF powder substitution. The porosity measured at 56 days increased from 6 % to 22 % with SF powder substitution levels ranging from 0 % to 30 %. However, the critical diameter of the pores was similar for all cement pastes in the range of 0.01 to 0.1 μm , which corresponds to medium capillary pores.
- CEMHYD3D models were successfully used to simulate the hydration of cement pastes with and without SF powder. The modelling results also indicated that an increase in

SF powder substitution levels led to an increase in the DoH of the cement. Additionally, the modelling results indicated that the absorbed water rate of the SF powder estimated experimentally method may be significantly higher than the real value.

- The simulation results indicated that the impacts of SF powder on the hydration kinetics of individual cement phases were not identical and depended on their origins and substitution levels. For the silicate phases (C_3S and C_2S), a delay was observed for the MSF 20 and MSF 30 pastes, whereas for C_3A and C_4AF , retardation was observed for all mixtures containing SF powder.

The results obtained in this study can provide important references for the recovery of fine powder from RCA for use as a mineral additive for concrete manufacturing. Results indicate that fine powder can be used as a promising mineral additive and LF replacement in concrete. Knowing that the NF EN 206–1 standard allows for limestone substitution levels of up to 20 % by mass, SF powder use as a mineral additive is a potential solution for reducing demolition waste.

Chapitre 4 : COVALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DE GRANULATS DE BETON RECYCLE DANS DES MORTIERS : ÉTUDE DES PROPRIETES MECANIQUES ET DE LA DURABILITE.....	125
1. Résumé général de l'article	125
1.1. Introduction.....	125
1.2. Matériaux	126
1.3. Méthode.....	126
1.4. Résultats et discussion	128
1.5. Conclusion	130
2. Abstract	133
3. Introduction.....	134
4. Materials and methods	135
4.1. Materials.....	135
4.2. Methods	139
4.2.1. Preparation of mortars.....	139
4.2.2. Mechanical strength.....	139
4.2.3. Porosity investigation	140
4.2.4. Durability test	140
4.2.4.1. Internal sulphate attack	140
4.2.4.2. External sulphate attack.....	141
4.2.4.3. Alkali-aggregate reaction	142
4.2.4.4. Accelerated carbonation	142
5. Results and discussion.....	143
5.1. Mechanical strength.....	143
5.2. Porosity investigation	144
5.3. Durability test	147
5.3.1. Alkali-aggregate reaction	147
5.3.2. Internal sulphate attack	148
5.3.3. External sulphate attack.....	150
5.3.4. Accelerated carbonation	152
6. Conclusion	154

Chapitre 4 : COVALORISATION DES SEDIMENTS DE DRAGAGE ET DE GRANULATS DE BETON RECYCLE DANS DES MORTIERS : ÉTUDE DES PROPRIETES MECANIQUES ET DE LA DURABILITE

1. Résumé général de l'article

1.1. Introduction

Lors de la fabrication de granulats recyclés, le sable recyclé en représente une très grande partie. L'utilisation du sable recyclé dans la matrice cimentaire reste cependant très limitée en raison d'une forte demande en eau. Les différents travaux montrent que la résistance à la compression des matrices cimentaires diminue avec l'augmentation du taux de remplacement par du sable recyclé. On observe une diminution des performances mécaniques peu significative jusqu'à une substitution de 30 % en masse, alors qu'on observe une perte de résistance mécanique de plus de 30 % pour une substitution de 100 % en masse. Ceci peut s'expliquer par la résistance plus faible des granulats recyclés par rapport aux granulats naturels en raison de la présence de pâte de ciment sur les granulats recyclés.

En France et en Europe, 50 Mm³ et 300 Mm³ de sédiments sont respectivement dragués chaque année pour maintenir les activités portuaires et fluviales. Les sédiments ont généralement une teneur élevée en matière organique et une forte demande en eau, ce qui influence l'hydratation du ciment et entraîne une augmentation de la porosité et une diminution de la résistance mécanique. Les sédiments sont des matériaux fins à forte teneur en eau, ce qui les empêche d'être utilisés dans leur état d'origine. L'utilisation de sédiments à forte teneur en eau pourrait réduire le temps de séchage et donc les coûts.

L'objectif de cette étude est d'examiner l'effet de la covalorisation des sédiments de dragage et des agrégats de béton sur les caractéristiques mécaniques et de durabilité. De plus un sédiment avec deux teneurs en eau différentes a été utilisé pour étudier l'effet de l'utilisation de sédiments à forte teneur en eau dans le but de compenser l'absorption élevée des granulats de béton recyclé. Pour atteindre cet objectif, un suivi des résistances à la compression et à la flexion ont été réalisés. La porosité par intrusion de mercure a été étudiée. La durabilité a été évaluée par des essais de carbonatation accélérée, d'attaque sulfatique interne/externe et de réaction alcali-granat.

1.2. Matériaux

Les sédiments marins (SED) ont été dragués dans le Bassin d'Arcachon en France et fournis par Neo-eco development. Les granulats de béton recyclé ($D_{max} = 16$ mm) ont été collectés sur le site de démolition d'un bâtiment à Saint-Ouen, en France. Ils ont été séchés à une température constante de 40° C jusqu'à obtention d'une masse constante avant d'être tamisés manuellement pour obtenir un sable recyclé avec un D_{max} de 5 mm (ci-après RS).

Le ciment utilisé dans cette étude est le ciment Portland ordinaire CEM I 52.5.

Les SEDs et les RSs ont une densité identique, avec des densités respectives de $2,55$ g/cm³ et $2,56$ g/cm³. Les résultats ont montré que les sédiments ont une demande en eau de $43,41$ %. L'absorption d'eau des RSs a été mesurée conformément à la norme EN 1097-6. Les RS ont montré une absorption d'eau de $9,42$ %.

La composition chimique des SEDs et des RSs est très différente. Les SEDs sont principalement composés de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SO_3 et d'autres oxydes en plus petites quantités, tandis que les RS sont principalement composés de SiO_2 et de CaO . L'analyse XRD a montré que les SEDs sont principalement composés de quartz et d'illite, tandis que les RSs sont composés de quartz, de calcite, d'ettringite et de monocarboaluminate. Aucune trace de $Ca(OH)_2$ n'a été détectée, ce qui peut être attribué à la carbonatation de $Ca(OH)_2$ pour former du $CaCO_3$.

Des tests de lixiviation des SEDs ont été effectués conformément à la norme européenne EN 12457-2. Les résultats de la lixiviation (tableau 4.1) montrent que la libération des éléments traces métalliques n'est pas respectée pour toutes les valeurs des seuils ISDI. Les valeurs pour le cadmium, le nickel, le zinc, le chlorure, le sulfate et la fraction soluble dépassent les seuils ISDI. Toutes les valeurs sont cependant inférieures au seuil ISDND. Les SEDs sont considérés comme non inerte et non dangereuse selon l'arrêté français du 12 décembre 2014.

1.3. Méthode

Les mortiers ont été préparés avec un rapport eau/ciment constant de 0,5 et une substitution volumétrique. Les échantillons ont été préparés selon la norme NF EN 196-1 dont la composition est donnée dans le tableau 4.3. Dans les mélanges F1 et F2, 30 % du sable normalisé a été substitué par des SEDs et des RSs, respectivement, tandis que dans les mélanges F3 et F3', 30 % du sable normalisé a été substitué par 7,5 % de SED et 22,5 % de RS. Le mélange F4 correspond au mortier de référence.

Dans les mélanges F1, F2 et F3, les SEDs et les RSs ont été respectivement humidifiés avec leurs demandes en eau et leurs absorptions, 24 heures avant d'être incorporés dans les mélanges.

Le mélange F3 a été utilisé pour étudier l'effet de l'utilisation de sédiments à haute teneur en eau sur les différentes propriétés mécaniques et durabilités. Il s'agit du même mélange que le F3, sauf que les SEDs ont été humidifiés avec leur demande en eau et l'absorption des RSs, puis conservés pendant 24 heures. Ensuite, les SEDs ont été mélangés avec les RSs et conservés pendant 24 heures avant d'être incorporés au mélange.

Les résistances à la compression et à la flexion ont été mesurées après 7, 28 et 56 jours de durcissement à l'aide d'une presse INSTRON 5500 R.

Les deux caractéristiques étudiées à partir de l'essai de porosité au mercure sont le volume total des pores pénétrés par le mercure qui donne la valeur de la porosité totale des pores connectés et la distribution différentielle de l'intrusion qui est calculée à partir de l'intrusion cumulée de mercure. Ces deux paramètres permettent de déterminer la taille critique des pores, la taille médiane des pores et la distribution des pores.

Des essais d'attaque sulfatique interne ont été réalisés. L'évaluation réalisée dans cette étude s'est essentiellement basée sur les recommandations du rapport "Méthode d'essai des LPC N°66 : réactivité d'un béton vis-à-vis d'une réaction sulfatique interne".

Des essais de réaction sulfatique externe ont été réalisés. Dans cette étude, les échantillons ont été soumis à un cycle d'une semaine avec immersion totale dans une solution de sulfate de magnésium à 5 % pendant 3 jours, puis séchés pendant 4 jours à 20°C avec une humidité relative de 50 %. De l'eau distillée a été utilisée. La solution a été renouvelée tous les 30 jours. Des plots de mesure ont été placés aux extrémités des éprouvettes afin de mesurer les éventuelles variations dimensionnelles des éprouvettes dus aux l'attaque sulfatique interne/externe. En plus de ces mesures, la dégradation des éprouvettes a été suivie en prenant périodiquement les masses des éprouvettes.

L'essai de réaction alcali-granat a été réalisé selon la norme NF P 18-454. Lors de la préparation des éprouvettes, une quantité correspondant à 4% d'équivalent Na_2SO_4 (par rapport à la masse de liant) a été ajoutée à l'eau de gâchage pour obtenir la teneur alcaline requise. Les échantillons ont ensuite été placés dans un autoclave réglé à 127 °C et 0,15 MPa pendant 5 heures (Figure 4.3.) après 28 jours de cure dans l'eau. De nouvelles mesures ont

ensuite été effectuées pour observer tout changement dimensionnel lié à la réaction alcali-granulats

Des essais de carbonatation accélérée ont été réalisés à une température de 20°C, une humidité relative de 70% et une teneur en CO₂ de 1% pendant 14, 28 et 90 jours. Après le durcissement, un indicateur coloré tel que la phénolphtaléine a été utilisé pour déterminer la profondeur de la carbonatation. La résistance mécanique (compression/flexion) a également été contrôlée. Les échantillons ont subi une cure dans l'eau pendant 28 jours avant d'être introduits dans la chambre.

1.4. Résultats et discussion

Les résultats montrent que la substitution de 30% du sable standard par des RSs diminue très légèrement les résistances mécaniques tandis que la substitution par 30% de SEDs entraîne une diminution considérable de la résistance. Les mélanges F3 et F3' ont également des propriétés mécaniques inférieures à celles du mortier de référence. D'après les résultats des mélanges F1 et F2, on peut conclure que cette diminution de la résistance est causée par les sédiments et non par les RSs. F3 et F3' ont une teneur en eau avant incorporation dans les mélanges de 43,41 % et 68,70 % respectivement. Les résultats mécaniques ont montré que l'utilisation de sédiments à haute teneur en eau n'influence pas les propriétés mécaniques des résistances à la compression et à la flexion.

Le mélange de référence F4 présente la porosité totale la plus faible suivie par le mélange F2 qui s'explique par la pâte de ciment contenue dans le sable recyclé qui induit une porosité plus élevée par rapport au sable naturel et augmente par conséquent la porosité totale. Le mélange F1 a une porosité totale élevée qui est directement liée à la présence de sédiments. Les mélanges F3 et F3' ont une courbe de volume de pore cumulé très similaire, ce qui indique que l'utilisation de sédiments à haute teneur en eau n'a pas affectée.

Il existe une forte corrélation entre la porosité totale et la résistance mécanique, une augmentation de la résistance mécanique s'accompagnant d'une diminution de la porosité totale. Les mélanges F1, F2, F3, F3', F4 ont respectivement une porosité totale de 20.34%, 12.28%, 13.34%, 13.83%, 8.85% et une résistance à la compression de 18.96 MPa, 47.51 MPa, 35.33 MPa, 35.42 MPa, 49.52 MPa à 7 jours, tandis qu'à 56 jours, ils présentent une porosité totale de 17,36%, 9,00%, 10,68%, 11,46%, 7,27% et une résistance à la compression de 25,41 MPa, 52,48 MPa, 44,69 MPa, 46,02 MPa, 56,38 MPa.

Les résultats obtenus montrent que tous les mélanges ont une valeur d'allongement longitudinal identique de 0,05%. Par ailleurs, les résultats ont montré que les mélanges ne contenaient pas d'agrégats réactifs, car leur allongement longitudinal était inférieur au seuil normatif de 0,15 % (NF P18-454 [191]). L'incorporation des SEDs et RSs utilisés dans cette étude ne constitue pas un risque de développement d'une réaction alcali-granulat.

Les résultats montrent que le mélange F1 contenant uniquement des SEDs est le moins résistant à l'attaque sulfatique interne avec une expansion proche de la limite fixée par le LCP n°66 après 3 mois. Le mélange F2 a une expansion plus élevée que le mélange F4, cette différence peut être expliquée par la présence de sulfate soluble dans les RSs.

Les mélanges F3 et F3' montrent la même tendance avec une expansion plus élevée que F2 en raison de la présence de sédiments. On peut également conclure que l'utilisation de sédiments à haute teneur en eau n'influence pas l'expansion.

L'introduction de sédiments conduit à une expansion plus élevée lors de l'essai d'attaque sulfatique externe qui peut être expliquée de différentes manières, (1) la porosité et la perméabilité sont plus élevées, ce qui facilite la diffusion des ions sulfate à travers la structure du mortier, (2) les caractéristiques mécaniques plus faibles des mortiers contenant des sédiments conduisent à une fissuration plus élevée qui induit une expansion plus élevée, (3) la zone ITZ entre la pâte de ciment et les SEDs est plus faible et favorise la pénétration des ions sulfate.

On constate également que le mélange F2 a une expansion plus importante que le mortier de référence, ce qui est dû à la présence de RSs. Plusieurs études ont montré que la présence de RSs induit une ITZ plus faible entre les RSs et la nouvelle pâte par rapport à la ITZ des mortiers formés à partir des granulats naturels. Cette zone plus faible favorise la diffusion des ions sulfate. Les mélanges F3 et F3' suivent la même tendance, ce qui montre que l'utilisation de SEDs à forte teneur en eau n'a pas influencé l'attaque externe par les sulfates. En outre, la présence de SEDs a conduit à des valeurs d'expansion plus élevées que le mélange F2, mais meilleures que le mélange F1 qui contient plus de SED.

Lors de l'essai de carbonatation accéléré on observe une amélioration globale de la résistance par rapport à la cure à l'eau, avec une amélioration de 43% et 28% respectivement pour les mélanges F1 et F4, si l'on compare les résistances à la compression à 56 jours en cure à l'eau et la résistance à la compression à 90 jours après carbonatation. Les mélanges F2, F3 et F3' ont montré une amélioration plus faible.

Cette amélioration globale peut être expliquée de différentes manières, (1) une diminution du volume global des pores qui, selon certains auteurs, pourrait diminuer jusqu'à 12%, (2) la carbonatation des hydrates conduit à un colmatage de la microstructure et à une densification de la zone carbonatée.

Les résultats ont montré que seul le mélange F1 présentait un front de carbonatation après 90 jours de carbonatation accélérée (Figure 4.13.). Le mélange F1 a permis une meilleure diffusion du CO₂ que les autres mélanges, ce qui a permis une amélioration plus rapide de ses caractéristiques mécaniques. L'incorporation de sédiments dans les mélanges peut augmenter leur perméabilité, ce qui pourrait expliquer la meilleure diffusion du CO₂ dans le mélange F1.

1.5. Conclusion

Cette étude a examiné l'influence de la covalorisation des sédiments de dragage et des granulats de béton recyclés sur les caractéristiques mécaniques et de durabilité des matrices cimentaires. Les résultats obtenus permettent de tirer les conclusions suivantes :

- La substitution de 30% du sable standard par du sable recyclé a très peu d'effet sur la résistance mécanique ;
- La substitution de 30% du sable standard par des sédiments réduit de moitié la résistance mécanique. La présence de polluants et de matières organiques interfère avec l'hydratation du ciment. La demande en eau des sédiments peut également avoir joué un rôle dans cette diminution de la résistance ;
- Les résultats mécaniques ont montré que l'utilisation de sédiments à haute teneur en eau n'influence pas les propriétés mécaniques, que ce soit la résistance à la compression ou à la flexion ;
- L'utilisation de sédiments recyclés et de granulats de béton a augmenté la porosité totale, avec un effet plus prononcé pour les mélanges contenant uniquement des sédiments. La forte demande en eau et la matière organique a favorisé le développement de cette porosité. A 56 jours, les mélanges F1, F2, F3, F3' et F4 ont une porosité totale de 17%, 9%, 11%, 10%, 7%, respectivement ;
- Les mélanges ne contenaient pas de granulats réactifs, car leur allongement longitudinal était inférieur au seuil normatif de 0,15 % (NF P18-454 [191]). L'incorporation de sédiments et l'utilisation de granulats de béton recyclé dans cette

étude ne constituent pas un risque pour le développement d'une réaction alcali-granulat ;

- Le mélange contenant uniquement des sédiments est le moins résistant à l'attaque sulfatique interne. Les tests de lixiviation effectués sur les sédiments brut ont montré qu'il présentait une concentration en sulfates supérieure à 18 180 mg/kg de matière sèche, ce qui en fait une source de sulfates pouvant être responsable de la formation d'ettringite secondaire causant l'expansion des mortiers contenant des sédiments ;
- Le mélange contenant uniquement des granulats de béton recyclé est moins résistant que le mélange de référence à l'attaque sulfatique interne. Cela peut s'expliquer par la présence de sulfate soluble dans les granulats de béton recyclé, mais aussi par la présence d'une zone de transition ITZ moins résistante entre la pâte de ciment et les granulats de béton recyclé ;
- Le mélange contenant uniquement des sédiments s'est avéré moins résistant à l'attaque externe des sulfates. La présence de sédiments induit une porosité et une perméabilité plus élevées qui facilitent la diffusion de la solution de sulfate. Les caractéristiques mécaniques plus faibles des mortiers contenant des sédiments conduisent à une fissuration plus importante qui induit une expansion plus importante ;
- Le mélange contenant uniquement des granulats de béton recyclé présente une résistance à l'attaque externe des sulfates inférieure à celle du mélange de référence, ce qui peut s'expliquer par la faible résistance entre la pâte de ciment et les granulats de béton recyclé, qui favorise la diffusion des ions de sulfate ;
- L'utilisation de sédiments à haute teneur en eau n'a pas influencé la résistance aux attaques internes et externes des sulfates ;
- L'expansion s'est accompagnée d'une augmentation de la masse de tous les mortiers pour l'attaque sulfatique externe, ce qui peut être attribué à la pénétration de la solution dans le mortier ;
- La carbonatation accélérée a augmenté la résistance mécanique de tous les mortiers avec une amélioration de 43% et 28% respectivement pour les mélanges F1 et F4 ;
- Le mélange F1 a montré un front de carbonatation après 90 jours de carbonatation accélérée alors que les autres mélanges sont restés roses. Cela peut s'expliquer par

une meilleure diffusion du CO₂ que les autres mélanges, ce qui a permis une amélioration plus rapide de ses caractéristiques mécaniques.

Covalorisation of dredged sediment and recycled concrete aggregate in mortars: study of mechanical properties and durability

Authors: Yassine ABRIAK^{1,2,3}, Walid MAHERZI^{1,2}, Mahfoud BENZERZOUR^{1,2}, Patrice RIVARD³.

¹ IMT Nord Europe, Institut Mines-Télécom, Centre for Materials and Processes, F-59500, Douai, France.

² Univ. Lille, Institut Mines-Télécom, ULR 4515 – LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement, F-59000, Lille, France.

³ Université de Sherbrooke, Department of Civil and Building Engineering, Sherbrooke, Canada.

2. Abstract

The high consumption and decreasing availability of natural aggregates requires the search for alternative solutions. At the same time, a large amount of dredged sediments and deconstruction waste is produced every year. The aim of this study is to investigate the effect of covalorisation of dredged sediments and concrete aggregates as alternative materials to natural aggregates on the mechanical and durability characteristics. For this purpose, different mortars with different percentages of sediments and concrete aggregates were produced. The sediments were used at two different water contents to study the effect of using sediments with high water content. The results have shown that substitution of 30% standard sand with concrete aggregate had very little effect on the mechanical strength, while substitution with sediment halved the strength. Substitution of 7.5% sediment and 22.5% aggregate led to a 22.5% decrease in compressive strength at 56 days. The sediment and recycled concrete aggregates used in this study did not develop any risk for alkali reaction development. All formulations showed good resistance to internal and external sulphate attack. Accelerated carbonation led to an increase in the mechanical strengths of all mixes. The use of high-water content sediments did not influence either the mechanical properties or the durability.

Keyword: Recycled concrete aggregate, RCA, Sediment, Compressive strength, Durability, Porosity, Absorption.

3. Introduction

During the manufacture of recycled aggregates, recycled sand represents a very large part of it. The use of recycled sand in the cementitious matrix remains however very limited because of a high-water demand.

The hardened characteristics of cementitious materials incorporating recycled sand depend mainly on the E_{eff}/C ratio, the type of cement, the nature and quality of the aggregates and the curing conditions. The replacement rates of natural aggregates as well as the hydric state of the recycled sand also play a very important role.

The different works show that the compressive strength of cementitious matrices drops with the increase of the replacement rate by recycled sand. A decrease in mechanical performance is observed that is not very significant up to a substitution of 30 % by mass [90,91], while a loss of mechanical strength of more than 30% for a substitution of 100 % by mass [92]. This can be explained by the lower strength of recycled aggregates compared to natural aggregates due to the presence of cement paste on recycled aggregates.

The water status of recycled sand is a parameter that plays an important role on the mechanical strengths. Zhao et al [87] studied the influence of the water status of recycled sand on the mechanical strengths of mortars. The recycled sand was in two different water states, dry and saturated and had a grain size of 0/5mm. The saturated water state was obtained after a pre-saturation of 24 hours before mixing. Three ratios E_{eff}/C were studied (0.5; 0.55 and 0.6). For each ratio the total water is constant.

The mechanical strengths of mortars made with dry recycled sand have better performances than those made with saturated recycled sand. This difference can be attributed to the micro-watering of the mortar during its installation. Indeed, the water absorbed by the saturated recycled sand would move towards the cement paste which would increase the ratio E_{eff}/C . This has the effect of weakening the bond between the cement matrix and the aggregates.

In France and Europe, 50 Mm³ and 300 Mm³ of sediment are respectively dredged each year to maintain port and river activities [178,179]. Sediments generally have a high organic matter [180,181] content and high-water demand which influences the hydration of cement [182] and leads to an increase in porosity and a decrease in mechanical strength.

Sediments are fine materials with high water content, which prevents them from being used in their original state. There are different methods for dewatering sediments, such as air drying, chemical drying, or thermal drying [183]. However, these processes are costly in terms

of time, energy, and money. The use of sediments with a high-water content could reduce the drying time and therefore the costs.

The objective of this study is to investigate the effect of covalorisation of dredged sediments and concrete aggregates on the mechanical and durability characteristics. A sediment with two different water contents was used to study the effect of using sediments with high water content with the aim of using the high-water content of the sediment to compensate the high absorption of recycled concrete aggregates. To achieve this objective, the compressive and flexural strengths were monitored. The porosity by mercury intrusion was studied. The durability was evaluated by accelerated carbonation, internal/external sulphate attack and alkali-aggregate reaction tests.

4. Materials and methods

4.1. Materials

The marine sediments (SED) were dredged in the Bassin of Arcachon in France and provided by Neo-eco development. Sediment were deagglomerated with a mixer and stored in hermetic bag. The recycled concrete aggregates ($D_{max} = 16$ mm) were collected from the building demolition site in Saint-Ouen, France. They were dried at constant temperature of 40° C until constant mass before being manually sieved to obtain recycled sand with a D_{max} of 5 mm (hereafter RS). Cement used in this study is ordinary Portland cement CEM I 52.5.

The specific density of SED and RS was measured using a helium pycnometer Accupyc 1330 device. For each material the particle size distribution was carried out according to the XP 94-041 [122] standard. The fine content was determined by wet sieving with a 63 μ m sieve and then analyzed by laser granulometer Beckman Coulter LS 13 320 analyzer according to the EN ISO 13320 [121] standard. Refuse was then dried at 105° and sieved with different sieves ranging from 8 mm to 63 μ m. The chemical composition was obtained by X-ray fluorescence (XRF) analysis.

Leaching tests on SED were carried out in accordance with European standard EN 12457-2 [55]. The leaching results (Tableau 4.2) show that the release of metallic trace elements is not respected for all the values of the ISDI thresholds. The values for cadmium, nickel, zinc, chloride, sulphate and soluble fraction exceed the ISDI thresholds. All values are however below the ISDND threshold. The SED is considered non-inert and non-dangerous according to the French decree of December 12, 2014.

Tableau 4. 1. *Physical properties and chemical compositions of materials*

Properties	SED	RS
Density (g/cm ³)	2.55	2.56
Water demand (%)	43.41	-
Absorption (24h) (%)	-	9.42
Organic matter (%)	7.35	-
Chemical composition		
Oxides	SED	RS
SiO ₂	58.52	17.08
Al ₂ O ₃	14.50	1.89
Fe ₂ O ₃	8.76	0.57
CaO	0.76	11.39
SO ₃	7.30	0.40
K ₂ O	3.34	0.22
MgO	4.20	0.53
TiO ₂	0.78	0.07
MnO	ND	ND
K ₂ O	3.34	0.22
SrO	ND	ND
P ₂ O ₅	0.42	
LOI (950°C)	-	67.58
Total	99.65	99.95

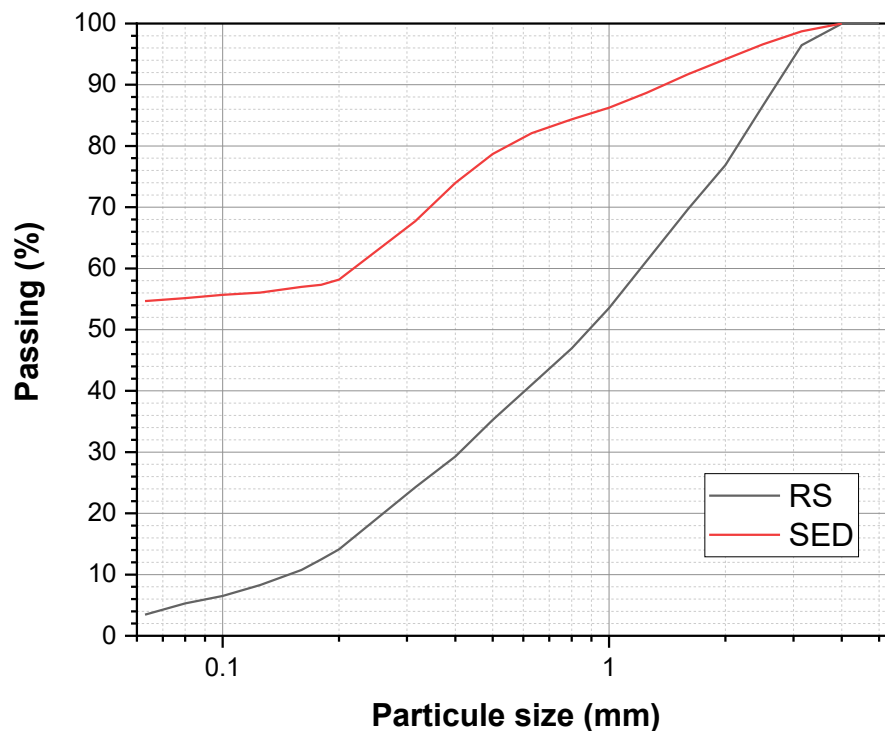


Figure 4. 1. Particle size distribution of materials

Tableau 4. 2. Results of leaching test of SEDs

	Units	SED	ISDI threshold	ISDND threshold
As	mg/kg	<0.1	0.5	2
Ba	mg/kg	<0.008	20	100
Cd	mg/kg	0.13	0,04	1
Cr	mg/kg	0.19	0.5	10
Cu	mg/kg	0.59	2	50
Mo	mg/kg	<0.09	0.5	10
Ni	mg/kg	2.2	0.4	10
Pb	mg/kg	<0.03	0.5	10
Sb	mg/kg	<0.06	0.06	0.7
Se	mg/kg	<0.08	0.1	0.5
Zn	mg/kg	25	4	50
Fluoride	mg/kg	3	10	150
Chloride	mg/kg	5420	800	15,000
Sulfate	mg/kg	18,180	1000	20,000
Soluble fraction	mg/kg	34,670	4000	60,000

The physical properties and chemical compositions of materials of SEDs and RSs are presented in Tableau 4.1. SEDs and RSs have an identical density, with respective densities of 2.55 g/cm³ and 2.56 g/cm³. One of the characteristics of dredged sediments is their high-water retention capacity due to the presence of organic matter and their fineness. When used in cementitious

matrix formulations, sediments retain some of the water necessary for cement hydration, which can lead to a loss of mechanical performance [184–186]. To address this problem, the water demand of the sediments was measured using the Vicat probe method according to the EN 196-3 [155] standard. The results showed that the sediments have a water demand of 43.41 %, which agrees with other studies [23,187]. The water absorption of the RSs was measured according to the EN 1097-6 [43] standard. The RSs showed water absorption of 9.42 %. This value is similar to that obtained in other studies. The chemical composition of the SEDs and RSs is quite different. The SEDs are mainly composed of SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SO_3 , and other oxides in smaller quantities, while the RSs are mainly composed of SiO_2 and CaO . XRD analysis presented in Figure 4.2. showed that the SEDs are mainly composed of quartz and illite, while the RSs are composed of quartz, calcite, ettringite, and monocarboaluminate. No trace of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ was detected, which may be attributed to the carbonation of $\text{Ca}(\text{OH})_2$ to form CaCO_3 .

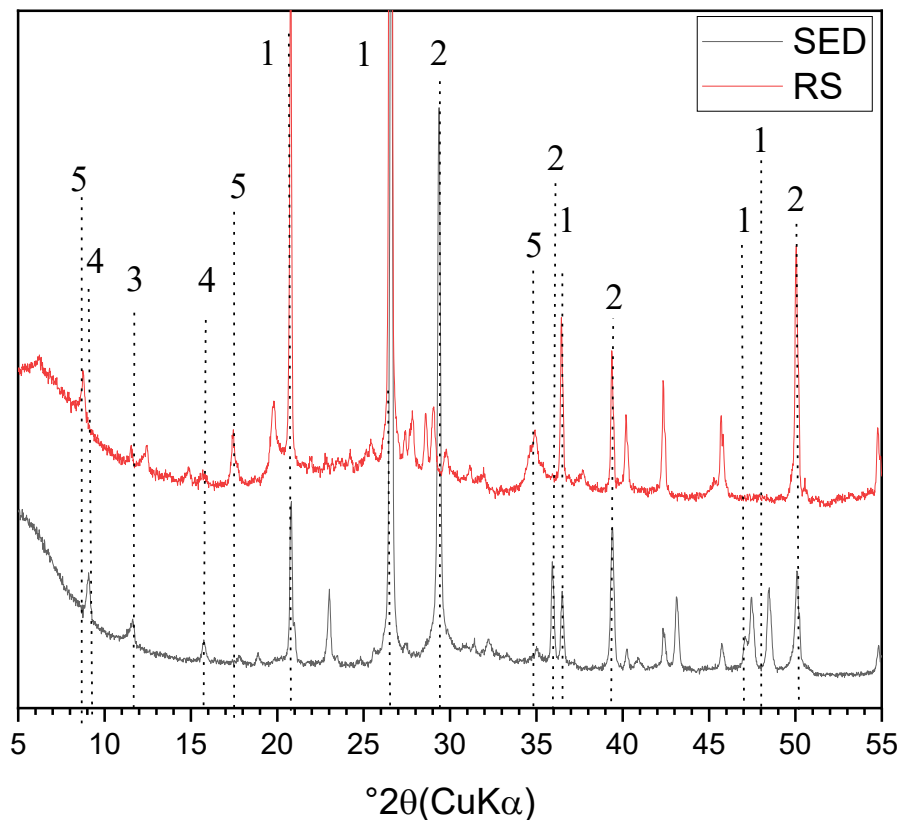


Figure 4. 2. XRD patterns of SEDs and RSs (1) Quartz, (2) Calcite, (3) Mono-carboaluminate, (4) Ettringite, (5) Illite

4.2. Methods

In this study, several parameters such as the properties of the mortars in hardened states and durability were studied to assess the feasibility of covalorising SEDs and RSs.

4.2.1. Preparation of mortars

The mortars were prepared with a constant water-to-cement ratio of 0.5 and a volumetric substitution. The samples were prepared according to the NF EN 196-1 [156] standard, the composition of which is given in Tableau 4.3. In mixes F1 and F2, 30% of the standardized sand was substituted with SEDs and RSs, respectively, while in mixes F3 and F3', 30% of the standardized sand was substituted with 7.5% SEDs and 22.5% RSs. Mix F4 corresponds to the reference mortar.

In mixes F1, F2, and F3, the SEDs and RSs were respectively humidified with their water demands and absorptions, 24 hours before being incorporated into the mixes.

The F3' mixture was used to study the effect of using high water content sediment on the different properties. It is the same mixture as F3 except that the SEDs were moistened with their water demand and the absorption of RSs and then kept for 24 hours. Then the SEDs were mixed with the RSs and kept for 24 hours before being incorporated into the mixture.

Tableau 4. 3. Composition of mortars

Mortar	Cement (g)	Standard Sand (g)	SED (g)	RS (g)	W_{eff}	$W_{\text{Abs}}+W_{\text{demand}}$ (g)
F1	450	950	389.72	0	225	169.16
F2	405	950	0	391.25	225	36.86
F3	450	950	97.43	293.43	225	125.07
F3'	450	950	97.43	293.43	225	125.07
F4	450	1350	0	0	225	0

4.2.2. Mechanical strength

The compressive and flexural strengths were measured after 7, 28, and 56 days of curing using an INSTRON 5500 R press with a maximum load capacity of 150 kN. The mortar samples were demolded 24 hours after preparation, and then cured under saturated conditions at a constant temperature of 20°C until the time of testing.

4.2.3. Porosity investigation

To preserve the hydration products for MIP the hydration was stopped using the solvent exchange method. The solvent used was isopropanol (IPA). Indeed, several studies [150,157] have shown that IPA is the solvent that best preserves the microstructure compared to other solvents. In this study, small sub-samples of a few centimeters were taken and immersed in IPA for one week. The solution was renewed every 24 hours to facilitate the diffusion of the solvent. At the end of the 7 days the IPA was evacuated by vacuum filtration and then placed in a desiccator containing hydrated lime and silica gel. The samples were kept in the desiccator under vacuum until constant mass and until analysis.

The samples were subjected to mercury intrusion porosity measurements after 7 and 56 days of curing. The analyses were performed using an AutoPore V 9600 Mercury porosimeter. Mercury intrusion was performed with a maximum pressure of 200 MPa. The pressure was increased gradually with an equilibrium time of 20 seconds between each pressure. The two characteristics studied from the MIP are the total pore volume intruded by mercury which gives the value of the total connected pore porosity and the differential intrusion distribution which is calculated from the cumulative mercury intrusion. These two parameters allow us to determine the critical pore size, the median pore size and the pore distribution.

4.2.4. Durability test

4.2.4.1. Internal sulphate attack

In the context of this study, the internal sulphate attack was studied in order to evaluate the possible disorders that could be caused by the introduction of dredged sediments into the concrete. Indeed, on the one hand, during the characterization phase, the leaching tests carried out on the raw sediment showed that it had a sulphate concentration of more than 18,180 mg/kg of dry matter, which makes it a source of sulphates. On the other hand, several studies have found that the introduction of sediments is accompanied by a decrease in mechanical strength and a modification of the porosity and the amount of water available in the cementitious matrices. This section will therefore evaluate the influence of these different parameters on the development of internal sulphate attack. The choice of treatment conditions was made with regard to existing works in the literature. In fact, there is no normative text in France relating to the evaluation of the internal sulphate attack. On the other hand, technical guides are available for the implementation of a method for evaluating

this reaction. The evaluation carried out in this study was therefore based essentially on the recommendations of the report “Méthode d’essai des LPC N°66: réactivité d’un béton vis-à-vis d’une réaction sulfatique interne” [188].

For each formulation, three specimens were tested and an average of the three values was considered. These thermal cycles can be divided into 4 phases: (1) Pre-cure period: after the mortar formulations are applied, they are kept for 1 h at a temperature of 20 °C; (2) Temperature rise phase: during this phase, the specimens are subjected to a temperature increase with an average rate of 20 °C/h in the core of the specimen; (3) Isothermal period: During this phase, the temperature is kept constant at 85°C for 12 hours; the duration of this cycle and the maximum temperature are chosen so as to ensure that the RSI is triggered; (4) Cooling phase: this stage allows the heating of the test specimens to be reduced until they reach room temperature. Before the specimens are introduced into the climatic chamber, they must be protected in order to prevent the mortars from drying out. In this study, the molds were wrapped in aluminum foil. Also, in order to ensure a relative humidity RH > 90% during the entire heat treatment, a tray filled with a quantity of water was introduced into the chamber.

Then, in accordance with LPC Method No. 66, 2007, two drying/wetting cycles were applied. Each cycle lasts 14 days and is composed of two phases: (1) Drying for 7 days in a climatic chamber set at (38 ± 2) °C and a relative humidity RH < 30%; (2) Total immersion in water for one week.

Once the treatment is complete, the specimens are kept in the same water that was used for the treatment in order to avoid altering the chemical stability of the samples. The objective of these cycles is to accelerate the kinetics of ettringite precipitation. The monitoring was carried out by measuring longitudinal deformation and mass.

4.2.4.2. External sulphate attack

In the literature, different protocols [189–191] have been applied to assess the resistance of cementitious matrix to external sulphate attack: some authors apply total immersion of the specimens in a sulphate solution, while others opt for drying/wetting cycles. In this study the specimens were cycled for one week with total immersion in a 5% magnesium sulphate solution for 3 days and then dried for 4 days at 20°C at a relative humidity of 50%. Distilled water was used. The solution was renewed every 30 days. Measuring pins were placed on the ends of the specimens in order to measure any dimensional variations of the specimens. In

addition to these measurements, the degradation of the specimens by the external sulphate attack was monitored by periodically taking the masses of the specimens. After formulation, the specimens were placed in water for 28 days before the first measurement was taken and before specimens were immersed in the sulphate-rich solution.

4.2.4.3. Alkali-aggregate reaction

The test was carried out according to the NF P 18-454 [192] standard. During the preparation of the specimens, an amount corresponding to 4% of Na_2SO_4 equivalent (relative to the binder mass) was added to the mixing water to obtain the required alkaline content. Then, the specimens were kept in water at 20 °C for 28 days. 48 hours before the test, the specimens were removed from the water for the determination of initial measurements: dimensional variation measurement, mass variation measurement. The samples were then placed in an autoclave set at 127 °C and 0.15 MPa for 5 hours (Figure 4.3.). New measurements were then made to observe any dimensional changes related to alkali-aggregate reaction.



Figure 4. 3. Autoclave

4.2.4.4. Accelerated carbonation

Different samples were placed in a carbonation chamber (Figure 4.4) at a temperature of 20°C, a relative humidity of 70% and a CO_2 content of 1% for 14, 28 and 90 days. After the cure, a colored indicator such as phenolphthalein was used to determine the depth of carbonation.

The mechanical resistance (compression/ flexural) was also monitored. The samples were cured in water for 28 days before being introduced into the chamber.



Figure 4. 4. Carbonation chamber

5. Results and discussion

5.1. Mechanical strength

The compressive and flexural strength of mortars over time is presented in Figure 4.5. An increase in the strength of all mixes over time is observed. The results show that the substitution of 30% of the standard sand by RSs decreases very slightly the mechanical resistances. Indeed, the values remain very close and confirm the results obtained in other studies.

The replacement of 30% by volume of standard sand by sediments results in a considerable decrease in strength. The average 56-day compressive and flexural strengths of F1 are 25.41 MPa and 7.88 MPa respectively, which is only half that of the reference mortar F4. These results can be explained by (1) the presence of chemical elements and organic matter in the sediments identified in the characterization phase, which play a disturbing or even inhibiting role in the cement setting and by (2) the additional water added to compensate for the water retention of the sediments.

Mixtures F3 and F3' also have lower mechanical properties than the reference mortar. From the F1 and F2 mixtures it can be concluded that this decrease in strength is caused by the sediments and not by the RSs. The SEDs in mixes F3 and F3' have a respective water content before incorporation into the mixes of 43.41% and 68.70%. The mechanical results showed

that the use of high-water content sediments does not influence the mechanical properties of either the compressive or flexural strengths.

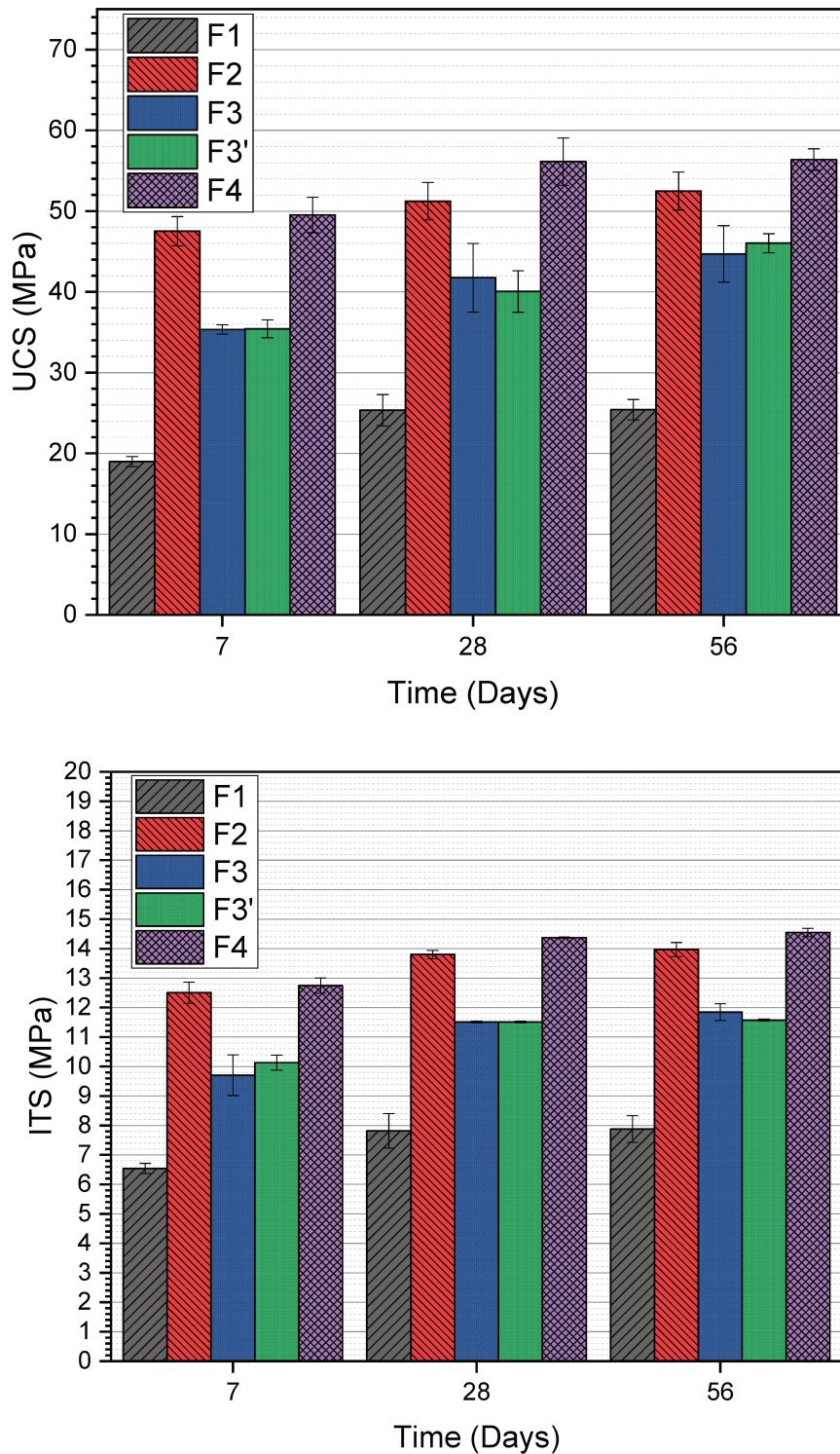


Figure 4. 5. Mechanical strength

5.2. Porosity investigation

Figure 4.6. shows pore size distribution of all hardened mortars after 7 and 56 days of cure. The total porosity at 7 days ranges from 8.85 to 20.34% while the total porosity at 56 days

ranges from 7.27% to 17.36%. The total porosity decreases with the curing time as the hydrates fill the pores. The results clearly show that the substitution of standard sand by SEDs and RSs increases the total porosity with a more unfavorable effect for the mixtures containing SEDs. The reference mix F4 has the lowest total porosity. The difference with the F2 mix is explained by the cement paste contained in the recycled sand which induces a higher porosity compared to the natural sand and consequently increases the total porosity. The F1 mixture has a high total porosity which is directly related to the presence of sediment. The presence of organic matter and the amount of additional water corresponding to the water demand of the SEDs has favored the development of porosity in the cement matrix. F3 and F3' have a very similar cumulative pore volume curve, which indicates that the use of high-water content sediments does not affect porosity.

There is a strong correlation between total porosity and mechanical strength with an increase in mechanical strength with a decrease in total porosity. The F1, F2, F3, F3', F4 mixes have respectively a total porosity of 20.34%, 12.28%, 13.34%, 13.83%, 8.85% and a compressive strength of 18.96 MPa, 47.51 MPa, 35.33 MPa, 35.42 MPa, 49.52 MPa at 7 days while at 56 days they have a total porosity of 17.36%, 9.00%, 10.68%, 11.46%, 7.27% and a compressive strength of 25.41 MPa, 52.48 MPa, 44.69 MPa, 46.02 MPa, 56.38 MPa

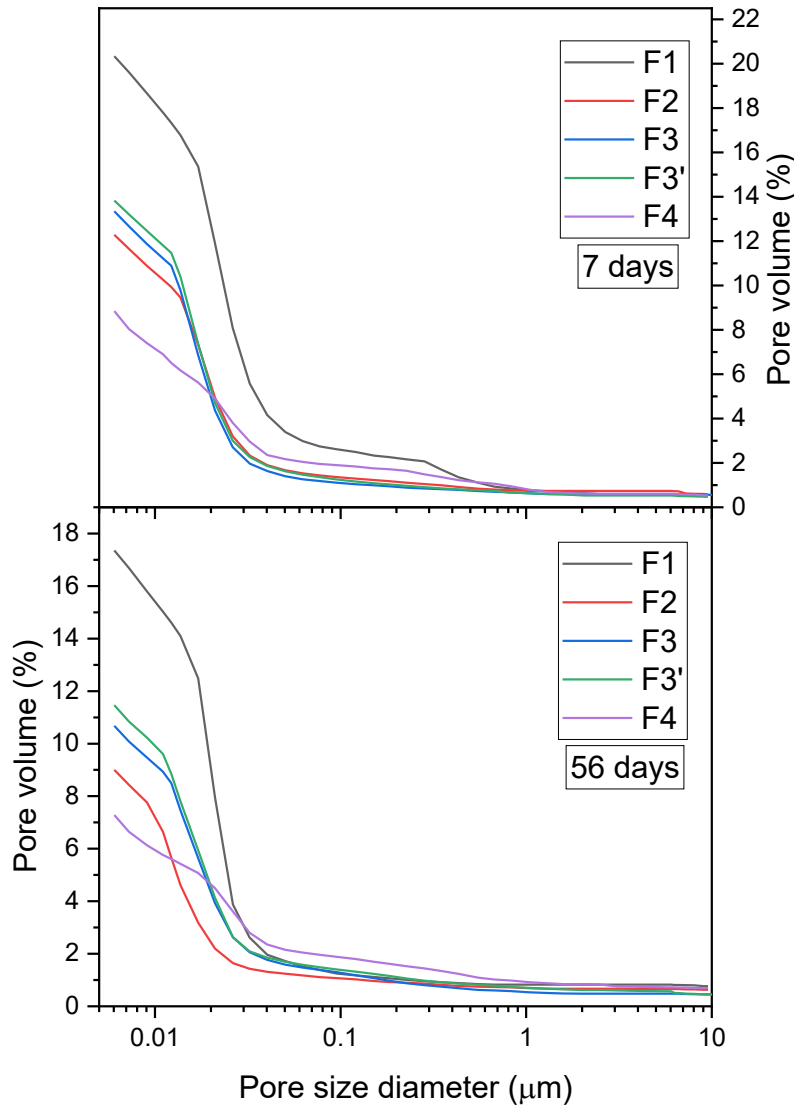


Figure 4. 6.Pore size distribution after 7 and 56 days

The differential distribution of the different mixtures is presented in Figure 4.7. We observe mainly one family of pores. During the curing the pore distribution moves towards finer pores accompanied by an increase in harmless pores (<20 nm), a decrease of less harmful porosity (20-50nm) [193]. The critical pore diameter who corresponds to the maximum diameter value of differential intrusion shows that although the reference formulation F4 has a low total porosity it has a larger critical diameter than the other formulations. F4 contains pores with a larger diameter but in smaller volumes quantities which explains the low total porosity. A decrease in the critical pore diameter is observed for mixtures F2, F3 and F3' from 0.017 μm to 0.009 μm , 0.011 μm and 0.011 μm respectively, while mixtures F1 and F4 have kept the same critical diameter.

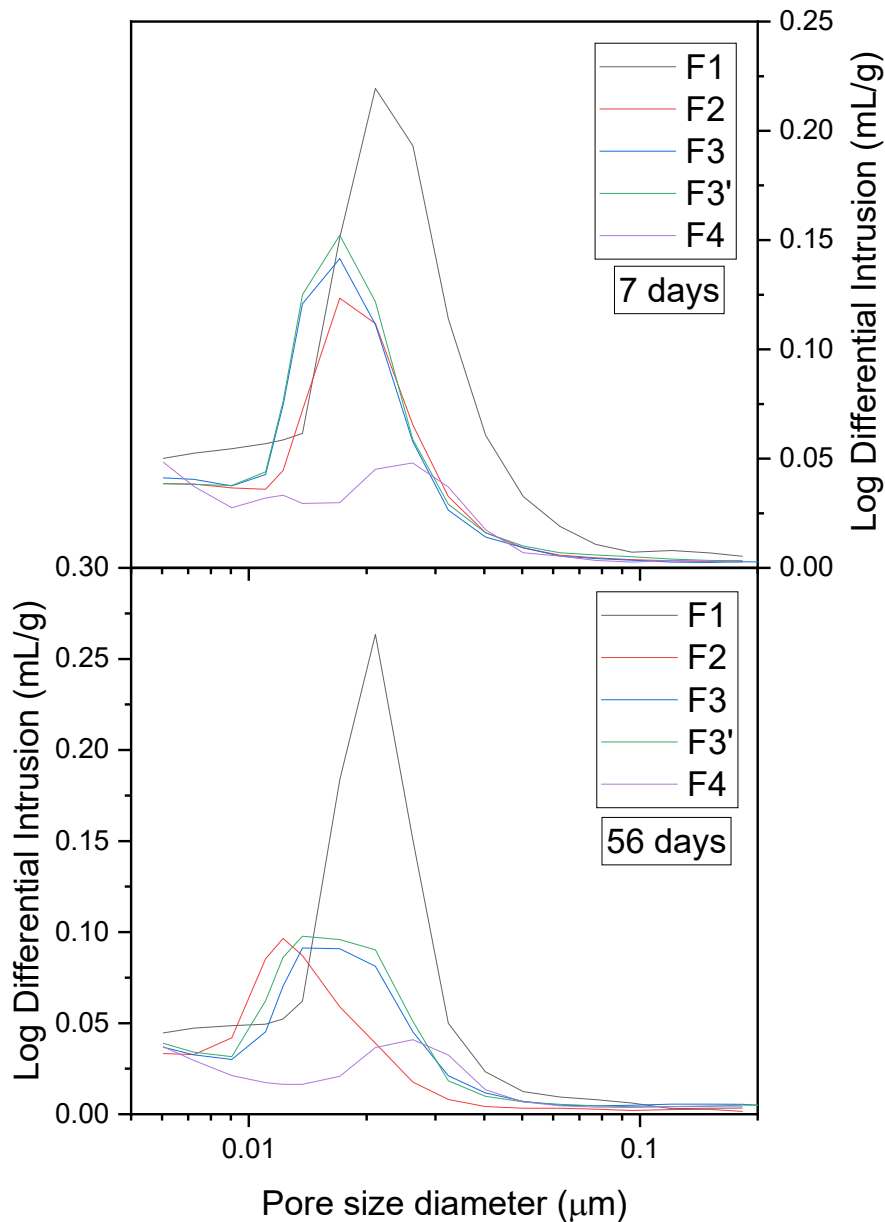


Figure 4. 7. Differential distribution of mercury intrusion after 7 and 56 days

5.3. Durability test

5.3.1. Alkali-aggregate reaction

In this study, the alkali-aggregate reaction test was carried out in order to evaluate the effect of the presence of SEDs and RSs on the swelling mechanisms. Indeed, as mentioned above, the amount of available water, porosity, particle size and chemical composition are all parameters influencing the formation and development of a RAG and on which the presence of SEDs and RSs will have a direct impact. The results of the alkali-aggregate reaction test are presented in Figure 4.8. The results obtained show that all mixtures have an identical longitudinal elongation value of 0.05%. In aggregates such as SEDs and RSs two similar

phenomena can occur due to their silicic nature: alkali-silica and alkali-carbonate reaction [194]. Furthermore, the results showed that the mixtures did not contain reactive aggregates because their longitudinal elongation was below the normative threshold of 0.15 % (NF P18-454 [192]). The incorporation of SEDs and RSs use in this study does not constitute a risk of development of alkali-aggregate reaction.

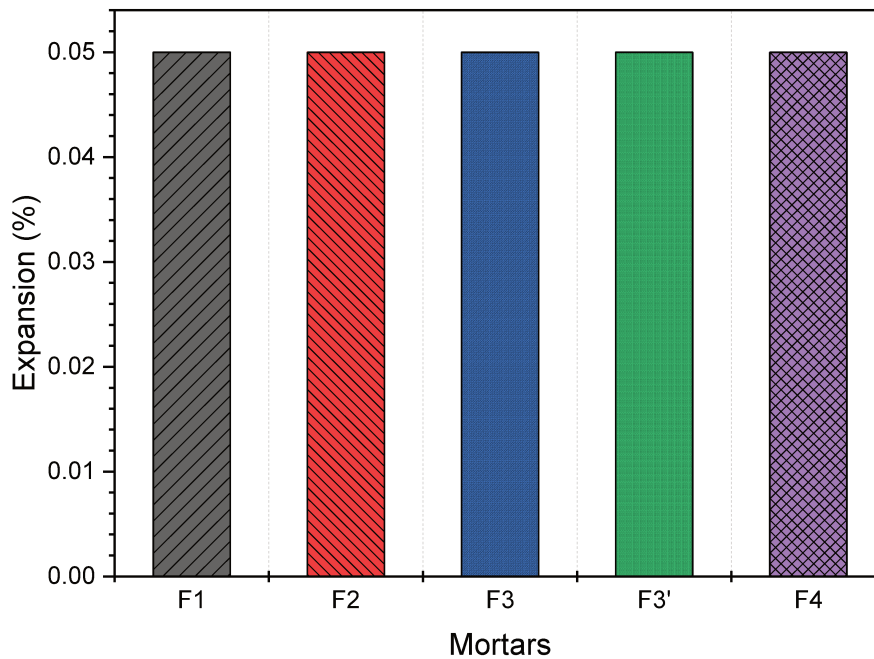


Figure 4. 8. Results of the alkali-aggregate test

5.3.2. Internal sulphate attack

Signs of degradation of structures affected by internal sulphate attack take a long time to appear, sometimes it can take years before they are noticed. In this study, and due to time constraints, only the results obtained up to 3 months have been presented. The dimensional variations of the tested specimens are presented in Figure 4.9.

The results show that the F1 mixture containing only SEDs is the least resistant with an expansion close to the limit fixed by LCP n°66 [188] after 3 months. This expansion can be explained in different ways, (1) SEDs are rich in sulphate as shown by the leaching test, the latter combines with the aluminate contained in the C_3A of the cement to form deferred ettringite [195], (2) The nature of the SEDs and their water demand induced an increase in porosity which favored ionic exchange and the formation of secondary ettringite, (3) The contact area between the cement paste and the SEDs is smaller than in the other mixes which causes a greater deformation. The F2 mix has a higher expansion than the F4 mix, this

difference can be explained by the presence of soluble sulphate in the RSs [196]. The characterization of the RSs showed a SO_4^{2-} content of 0.21%. The ITZ transition zone between the cement paste and the RSs is lower than that of the F1 mix, which favors the transfer of SO_4^{2-} ions that contribute to the development of secondary ettringite.

Mixtures F3 and F3' show the same trend with a higher expansion than F2 due to the presence of sediments. It can also be concluded that the use of high-water content sediment does not influence the expansion.

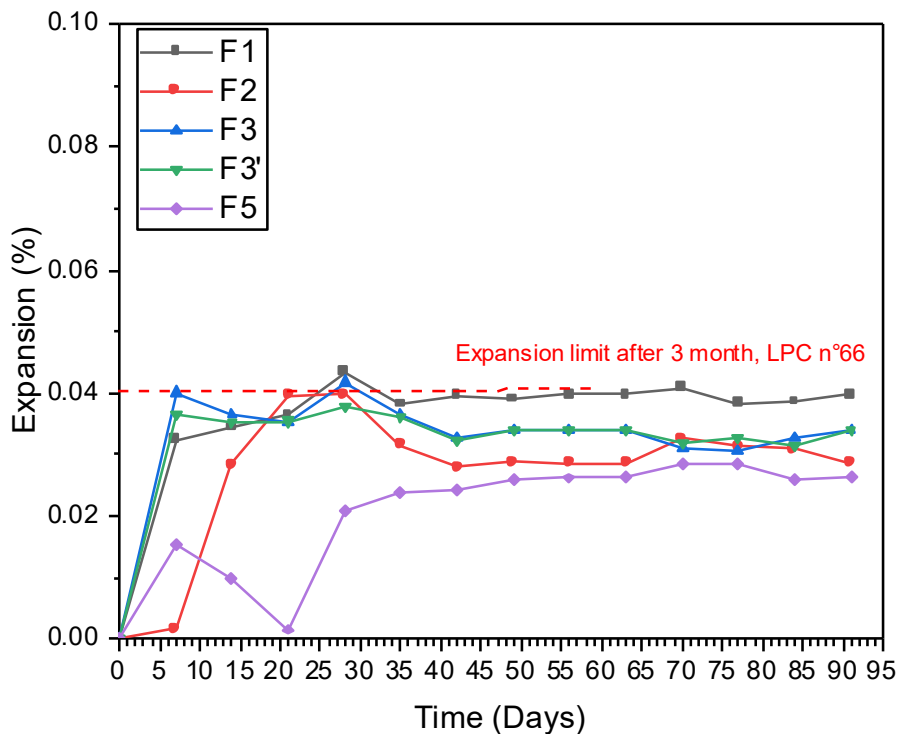


Figure 4. 9. Results of the internal sulphate attack test

The Figure 4.10 shows the mass losses related to the internal sulphate attack after 3 months of expansion. The results show that the mass loss follows the same trend as the expansion. A lower mass loss is observed for the F4 mixture with a mass loss of 0.26% followed by the F2 mixture with a loss of 0.55% and then F3, F3' and F1 with a loss of 1.29%, 1.35% and 2.5% respectively.

Finally, in LPC Test Method No. 66, the expansion limit at 3 months was set at 0.04% for the prevention of internal sulphate attack. All formulations meet this requirement. Monitoring should be continued for up to 12 months to ensure that RSI is not likely to occur.

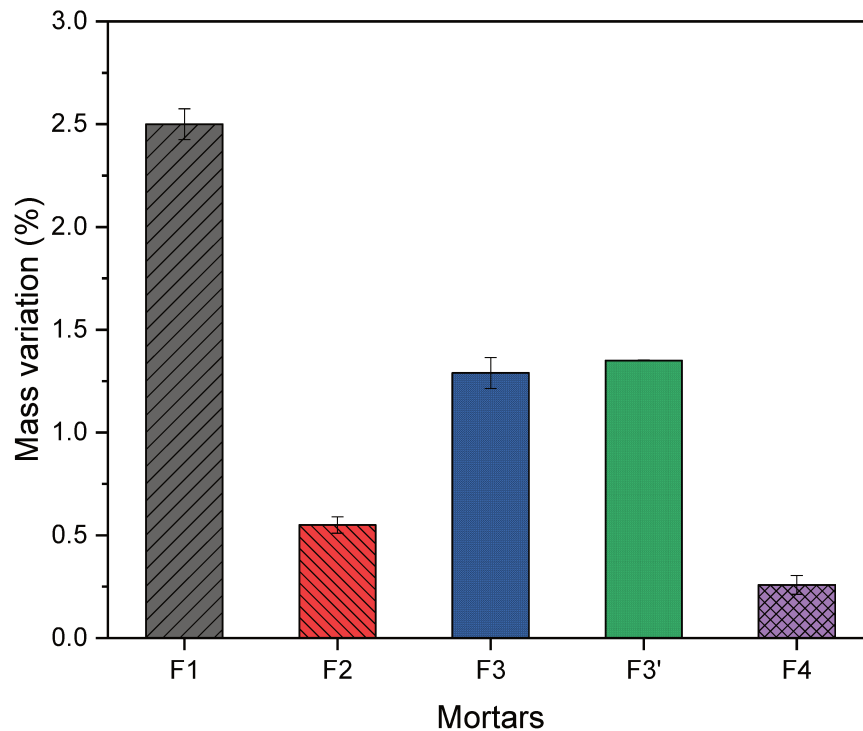


Figure 4. 10. Mass variation after the internal sulphate attack test

5.3.3. External sulphate attack

The Figure 4.11. shows the expansion over time of the different mortars after their immersions in a 5% mgSO_4 solution. This expansion is the result of the formation of ettringite in the mortars. The chemical action of sulphate ions results in the formation of gypsum by combining sodium sulphate with $\text{Ca}(\text{OH})_2$. The gypsum then reacts with the C_3A to form deferred ettringite which is responsible for the expansion of the mortars [197]. The results show that the F1 mix has the highest deformation while the reference mix has the lowest deformation. The introduction of sediments leads to a higher expansion which can be explained in different ways, (1) the porosity and permeability is higher, which facilitates the diffusion of sulphate ions through the mortar structure, (2) the weaker mechanical characteristics of mortars containing sediments leads to a higher cracking which induces a higher expansion, (3) the ITZ zone between the cement paste and the SEDs is weaker and favors the penetration of the sulphate ions

It can also be seen that the F2 mix has a higher expansion than the reference mortar which is due to the presence of RSs. Several studies [1,198–203] have shown that the presence of RSs induces a weaker ITZ between the RSs and the new paste compared to the ITZ of mortars formed from natural aggregates. This weaker zone favors the diffusion of sulphate ions.

Mixtures F3 and F3' follow the same trend, which shows that the use of SEDs with a high-water content did not influence the external sulphate attack. In addition, the presence of SEDs led to higher expansion values than the F2 mixture but better than the F1 mixture which contains more SEDs.

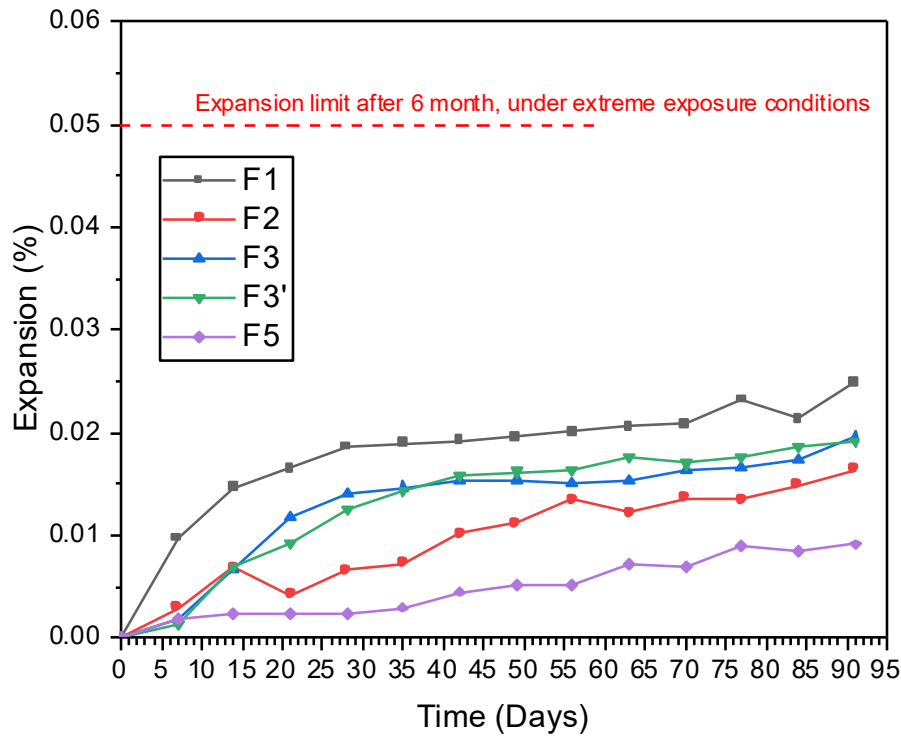


Figure 4. 11. Results of the external sulphate attack test

The Figure 4.12. shows the mass variation of the mortars after 3 months of expansion. The results show that the expansion was accompanied by an increase in the mass of all mortars. This increase in mass can be attributed to the sulphate solution in the mortar. The attack on the mortars created cracks which favored the penetration of the solution into the mortar [204].

Finally, ASTM C1012 defines two expansion thresholds after 6 months of exposure: 0.1% for moderate exposure and 0.05% for extreme exposure. In this study, according to ASTM C1012 [205], all formulations can be considered resistant to external sulphate attack.

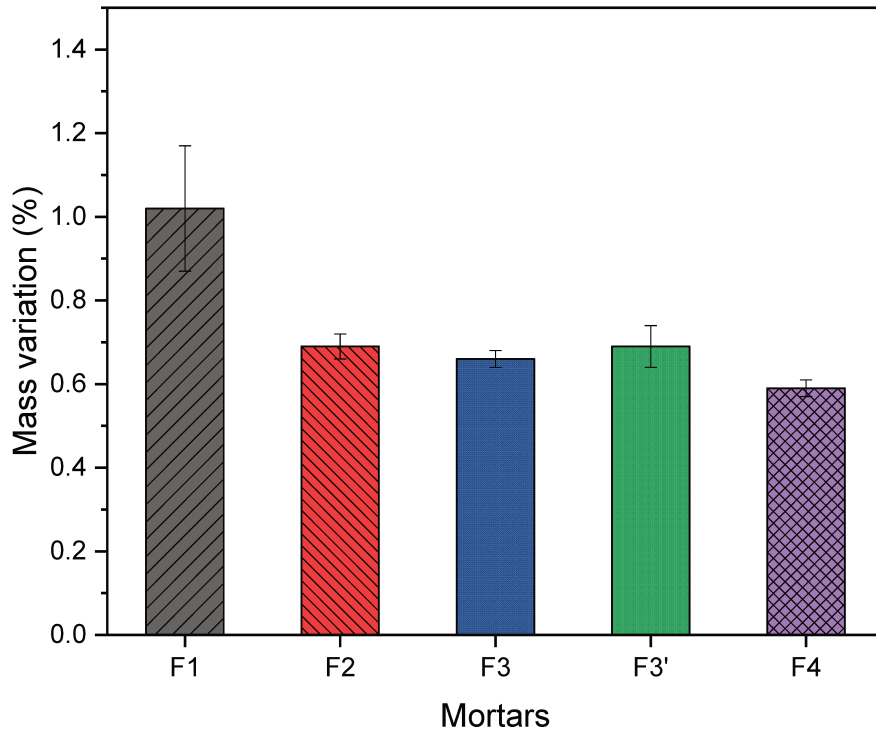
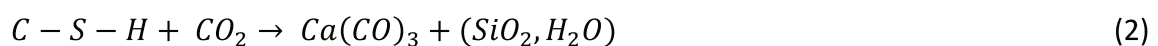
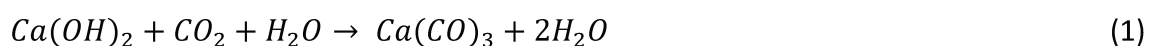


Figure 4. 12. Mass variation after the external sulphate attack test

5.3.4. Accelerated carbonation

The Figure 4.14. shows the mechanical characteristics obtained after accelerated carbonation. The results show an increase in mechanical strength over time. There is an overall improvement in strength compared to water cure, with an improvement of 43% and 28% respectively for the F1 and F4 mixes if we compare the compressive strengths at 56 days in water cure and the compressive strength at 90 days after carbonation. Mixes F2, F3 and F3' showed a smaller improvement. This difference can be explained by the presence of RSs. The cement paste contained in the RSs promotes the increase of the alkaline content of the matrix. This alkaline layer can serve as a protection and slow down carbonation.

This overall improvement could be explained in different ways, (1) a decrease in the overall pore volume which according to some authors [23,171] could decrease up to 12%, (2) the carbonation of hydrates by the mechanisms presented below leads to a clogging of the microstructure and a densification of the carbonated zone[206].



The phenolphthalein test was carried out to measure the depth of carbonation. This indicator makes it possible to differentiate between the carbonated zone which remains colorless and

the non-carbonated zone colored pink. The results showed that only the F1 mixture showed a carbonation front after 90 days of accelerated carbonation (Figure 4.13.). The specimens of the other mixtures remained pink. This shows firstly that the phenolphthalein spray only reflects the surface condition of the samples as shown in other studies [207]. In addition, it helps to explain the difference in mechanical strength improvement. The F1 mixture allowed a better diffusion of CO₂ than the other mixtures, which allowed a faster improvement of its mechanical characteristics. The incorporation of sediments in mixtures can increase their permeability which could explain the better diffusion of CO₂ in the F1 mix [208].

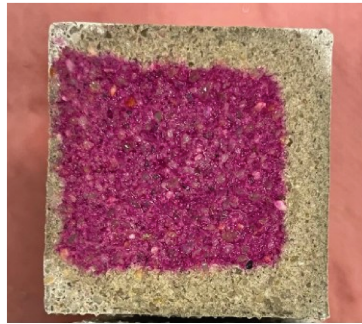
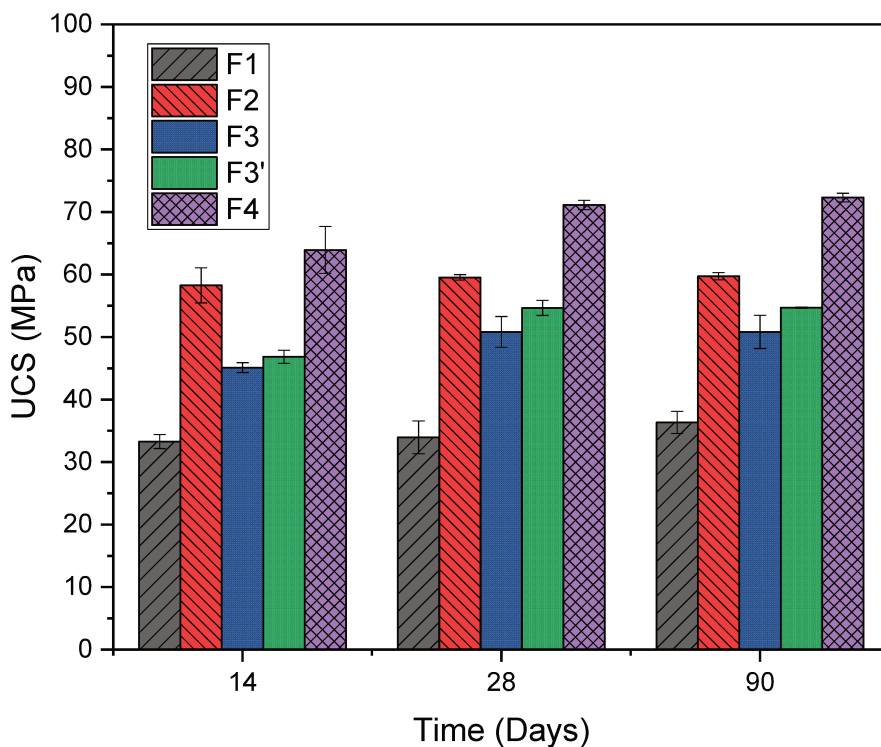


Figure 4. 13. Carbonation front of F1



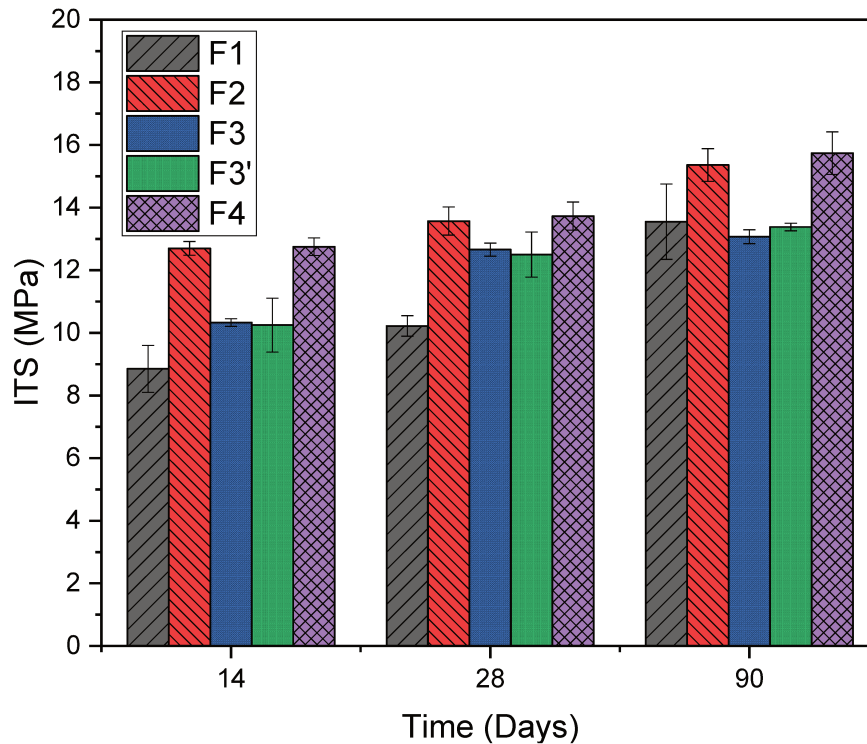


Figure 4. 14. Mechanical strength after accelerated carbonation

6. Conclusion

This study investigated the influence of covalorisation of dredged sediments and concrete aggregates on the mechanical and durability characteristics of cementitious matrices. From the results obtained, the following conclusions can be drawn:

- Substitution of 30% of the standard sand by recycled sand has very little effect on the mechanical resistance
- Substitution of 30% of the standard sand by sediments reduces the mechanical resistance by half. The presence of pollutants and organic matter interferes with the hydration of the cement. The water demand of the sediments may also have played a role in this decrease in strength,
- The mechanical results showed that the use of high-water content sediments does not influence the mechanical properties of either the compressive or flexural strengths,
- Use of recycled sediments and concrete aggregates increased the total porosity with a more pronounced effect for mixtures containing only sediments. The high demand for water and organic matter favored the development of this porosity. At 56 days, the F1, F2, F3, F3' and F4 mixes have a total porosity of 17%, 9%, 11%, 10%, 7%, respectively,
- Mixtures did not contain reactive aggregates as their longitudinal elongation was below the normative threshold of 0.15% (NF P18-454 [192]). The incorporation of

sediment and the use of recycled concrete aggregate in this study do not constitute a risk for the development of an alkali-aggregate reaction.

- Mixture containing sediment only is the least resistant to internal sulphate attack. Leaching tests carried out on the raw sediment showed that it had a sulphate concentration of over 18,180 mg/kg dry matter, making it a source of sulphates which may be responsible for the formation of ettringite, the second most common cause of expansion of mortars containing sediments,
- Mixture containing only recycled concrete aggregates is less resistant than the reference mixture to internal sulphate attack. This can be explained by the presence of soluble sulphate in the recycled concrete aggregates but also by the presence of a less resistant ITZ transition zone between the cement paste and the recycled concrete aggregates,
- Mixture containing only sediments was found to be less resistant to external sulphate attack. The presence of sediments induces a higher porosity and permeability which facilitates the diffusion of the sulphate solution. The weaker mechanical characteristics of mortars containing sediments leads to a higher cracking which induces a higher expansion,
- Mixture containing only recycled concrete aggregates has a lower resistance to external sulphate attack than the reference mixture, which can be explained by the low strength between the cement paste and the recycled concrete aggregates favors the diffusion of sulphate ions,
- Use of high-water content sediments did not influence the resistance to internal and external sulphate attack,
- Expansion was accompanied by an increase in the mass of all mortars for the external sulphate attack which can be attributed to the penetration of the solution into the mortar,
- Accelerated carbonation increased the mechanical strength of all mortars with an improvement of 43% and 28% respectively for the F1 and F4 mixtures,
- F1 mixture showed a carbonation front after 90 days of accelerated carbonation while the other mixtures remained pink. This can be explained by a better diffusion of CO₂

than the other mixtures, which allowed a faster improvement of its mechanical characteristics.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

L'augmentation considérable de la consommation des granulats naturels et la diminution marquée de ces ressources non renouvelables a poussé les chercheurs et les industriels à trouver des solutions innovantes afin de pallier ce problème. Une de ces solutions consisterait à covaloriser deux sous-produits. En effet, il y a une grande quantité de sédiments de dragage dont la gestion à terre pose problématique et de granulats de béton recyclés très peu utilisés du fait de leurs caractéristiques. Ce travail de doctorat a donc exploré cette voie novatrice. Pour cela trois objectifs principaux ont été mis en place. Le premier visait la covalorisation des sédiments et des granulats de béton recyclés en couche de forme. Le second la valorisation des fines de béton recyclé en tant qu'addition minérale dans le ciment. Enfin le dernier vise la covalorisation des sédiments et des granulats de béton recyclés dans le mortier en tant que substituant du sable.

Dans ce travail, une étude bibliographique a été menée afin d'établir un état de l'art sur la problématique des sédiments et des granulats de béton recyclés, les aspects réglementaires et les voies de valorisation existantes. Cette partie a permis de mettre en évidence les difficultés liées :

- À la valorisation des sédiments de dragage notamment dans le génie civil dont la présence de contaminants organiques (TBT, HAP, PCB), la granulométrie, les éléments traces métalliques.
- A la valorisation des granulats de béton recyclés, dont la présence de pâte adhérente qui leur confère une forte absorption d'eau, une moins bonne résistance que les granulats naturels, une forte porosité.

Une recherche des solutions visant à remédier à ces difficultés en fonction de l'application visée a été réalisée. Pour la valorisation des sédiments et des granulats de béton recyclés en couche de forme un traitement à la chaux et au liant hydraulique est la plupart du temps utilisé (procédé de stabilisation/solidification). Pour l'utilisation des fines recyclés, des sables recyclés et des sédiments dans les matrices cimentaires, la prise en compte de l'absorption d'eau et/ou l'utilisation de superplastifiant peut permettre l'amélioration l'ouvrabilité et les propriétés mécaniques.

Le chapitre 2 a été dédié à l'étude de la faisabilité de la valorisation des sédiments de dragage et des granulats de béton recyclés en couche de forme. Pour cela une caractérisation physique

et minéralogique des matériaux a été réalisée. Différent mélange de sédiment/granulat de béton recyclés ont été sélectionné à l'aide du fuseau the Talbot–Fuller–Thompson.

Une caractérisation physique et géotechnique des mélanges a été réalisée. Un traitement à la chaux vive et au liant hydraulique a été préconisé selon les guides de référence de terrassement routier (GTR) et de traitement de sol (GTS). Une caractérisation physique, géotechnique et mécanique a été réalisée sur les mélanges traités. L'étude a montré :

- (1) Le traitement à la chaux et au liant hydraulique a amélioré les propriétés géotechniques des mélanges et à diminuer le gonflement des mélanges. La formulation 20S80G a montré des caractéristiques géotechniques adéquates pour une utilisation en couche de forme.
- (2) Tous les mélanges ont montré des performances mécaniques à long terme adéquates pour une utilisation en couche de forme.
- (3) Une caractérisation environnementale des mélanges a été réalisée et a montré que tous les mélanges à l'exception de celui constitué de 100 % de sédiments respectent les seuils de lixiviation du guide SETRA pour une utilisation en technique routière.

La troisième partie a porté sur l'étude de l'utilisation des fines recyclées issues du béton recyclé en tant qu'addition minérale. L'objectif de cette étude était d'étudier l'influence de la fine recyclée sur la cinétique d'hydratation et les propriétés mécaniques et microstructurales du ciment hydraté par le biais expérimental et de la modélisation microstructurale tridimensionnelle à l'aide de CEMHYD3D. Dans ce but, des pâtes de ciment et des mortiers ont été confectionnés avec des taux de substitution du ciment CEM I allant de 0 à 30 %. Leurs degrés d'hydratation à l'aide de l'analyse thermogravimétrique (TGA), les produit d'hydratation à l'aide de l'analyse par diffraction des rayons X ainsi que la porosité totale et la distribution de la taille des pores à l'aide l'intrusion au mercure ont été déterminés. De plus un suivi des résistances à la compression a été réalisé. L'étude a montré :

- (1) Les fines recyclées ne présentaient pas de réactivité pouzzolanique. De plus la présence de calcite (CaCO_3) et d'hydrates résiduels dans les fines recyclées accélère l'hydratation des phases du ciment, en particulier les phases C_3A et C_3S aux jeunes âges,
- (2) Le DoH du ciment a augmenté avec l'augmentation des niveaux de substitution de la poudre SF,

- (3) Le CaCO_3 dans la poudre SF a permis de stabiliser l'ettringite contre la conversion en mono-sulfoaluminate, améliorant ainsi les propriétés microstructurales,
- (4) L'augmentation du taux de substitution des fines recyclées a diminué les résistances à la compression. Cependant le mortier MSF 10 a obtenu des résistances équivalentes au mortier de référence,
- (5) L'augmentation du taux de substitution des fines recyclées a augmenté la porosité des pâtes de ciment,
- (6) Les résultats de la modélisation sur les DoH indiquent la même tendance que les résultats expérimentaux,
- (7) La modélisation a montré un retard d'hydratation pour les phases silicatées (C_3S et C_2S) pour les pâtes MSF 20 et MSF 30 et un retard pour les phases C_3A et C_4AF pour toutes les pâtes.

Afin de renforcer les résultats obtenus, ce travail propose quelques perspectives qu'il serait intéressant d'étudier pour chaque partie de ce travail.

Pour la valorisation des sédiments et granulats de béton recyclés dans la construction routière, il peut être envisagé :

- (1) D'étudier d'autre couche de chaussée telle que la couche d'assise qui reprend plus de charge ;
- (2) D'entrer les données obtenues dans le logiciel Alizé LCPC afin d'ajuster les paramètres de dimensionnement de la chaussée pour l'utilisation de tels matériaux ;
- (3) La réalisation de planche expérimentale, puis de passer à une échelle pilote afin de s'assurer que les résultats obtenus soit valides à une échelle réelle ;
- (4) D'étudier l'utilisation d'un liant hydraulique routier à base de fines recyclé sur les caractéristiques physiques, géotechniques et mécaniques ;
- (5) De réaliser des essais de lixiviation sur monolithe ;
- (6) Etudier l'effet de la carbonatation sur des mélanges sédiment et granulats de béton recyclés non carbonaté. En effet plusieurs études ont montré que la carbonatation peut améliorer les caractéristiques mécaniques des granulats de béton recyclés.

Pour l'utilisation des fines recyclées issues du béton recyclé en tant qu'addition minérale, il peut être envisagé d'étudier :

- (1) Des méthodes pouvant possiblement activer les fines recyclées telles que la calcination flash.

- (2) L'utilisation de fines recyclées avec d'autres additions minérales telles que le laitier de haut fourneau ;
- (3) L'utilisation des fines recyclées avec des sédiments flash calcinés ;
- (4) La durabilité du fait que les granulats de béton recyclés possèdent souvent des agents agressifs qui peuvent limiter la durabilité des matrices cimentaires ;
- (5) L'interface matrice-granulats par nano-indentation afin de comprendre les mécanismes régissant l'adhérence pâte-granulats en présence de nos matériaux alternatifs

Pour la covalorisation des sédiments de dragage et des sables recyclés dans les mortiers, il sera intéressant :

- (1) D'évaluer l'acceptabilité environnementale des différentes formulations. La combinaison des sédiments et des granulats de béton recyclé pourrait créer une déstabilisation de certains éléments chimiques entraînant leur relargage ;
- (2) De continuer les essais de durabilité jusqu'à au moins 12 mois, car certaines réactions peuvent se produire après plusieurs années ;
- (3) D'étudier une covalorisation des sédiments et granulats de béton recyclés d'une différente manière. Cette étude a montré que jusqu'à une substitution de 30% les mortiers contenant uniquement du sable recyclé conservé des caractéristiques mécaniques convenable. D'autres études ont également montré que l'utilisation de sédiment flash calciné en tant qu'addition minérale au ciment permet d'avoir des propriétés similaires au ciment ordinaire. Il serait intéressant d'étudier des formulations contenant 30 % de sable recyclé en tant que substituant du sable naturel et un ciment contenant des sédiments flash calcinés en tant qu'addition minérale ;
- (4) De passer à une échelle béton afin de voir si les mêmes comportements sont observés. Le béton permettrait de valoriser plus de sédiments de dragage et de granulats de béton recyclés car les quantités de granulats utilisées sont plus importante.

De manière générale, il serait également opportun de faire une étude économique et d'analyse du cycle de vie pour évaluer l'impact et l'applicabilité de nos formulations sur le terrain.

RÉFÉRENCES

- [1] Le T 2015 *Influence de l'humidité des granulats de béton recyclé sur le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers* PhD Thesis (Lille 1)
- [2] Hou Y 2021 *Contribution au développement de la valorisation des déchets inertes du BTP: Étude de la carbonatation des granulats recyclés compactés* PhD Thesis (Université de La Rochelle)
- [3] SCHNEIDER G 2001 *Le curage des sédiments des cours d'eau Courrier de l'environnement de l'INRA* 146–7
- [4] Zentar R, Miraoui M, Abriak N-E and Benzerzour M 2011 Natural dewatering of marine dredged sediments *Drying Technology* **29** 1705–13
- [5] DAMIDOT M D 2006 *Etude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins–Valorisation en technique routière* PhD Thesis (Université d'ARTOIS)
- [6] Tran N T 2009 *Valorisation de sédiments marins et fluviaux en technique routière Université d'Artois*
- [7] Marot F 1997 *Caractérisation et traitement de sédiments de dragage contenant des polluants métalliques* PhD Thesis (Le Havre)
- [8] Kasmi A 2014 *Prétraitement et traitement des sédiments fluviaux en vue d'une valorisation en technique routière* PhD Thesis (Lille 1)
- [9] Song Y 2016 *Traitement électrocinétique des sédiments de dragage et valorisation par solidification/stabilisation* PhD Thesis (Université du Havre)
- [10] Mustin M 1987 *Le compost: gestion de la matière organique*
- [11] Gosselin A and technologique C E C R du Q D de la protection de l'environnement S éco-innovation 1999 *Protocole d'évaluation de la traitabilité des sédiments, des sols et des boues à l'aide des technologies minéralurgiques [ressource électronique] : document* (Environnement Canada, Direction de la protection de l'environnement, Section éco-innovation technologique)
- [12] Alzieu C 1999 *Dragages et environnement marin: état des connaissances= Dredging and marine environment: state of the art*
- [13] Scordia P-Y 2008 *Caractérisation et valorisation de sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers* PhD Thesis (Ecole Centrale de Lille)
- [14] David O, SYNDIQUE H and TCHILIAN N *sediment de dragage : le grenelle de la mer* 37
- [15] Safhi A E M 2020 *Valorisation des sédiments de dragage dans des bétons autoplaçants: optimisation de la formulation et étude de la durabilité* PhD Thesis (Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai; Université de ...)

-
- [16] Convention sur la prévention de la pollution des mers résultant de l'immersion de déchets
- [17] Prieur M 2011 Le Protocole de Madrid à la Convention de Barcelone relatif à la gestion intégrée des zones côtières de la Méditerranée *VertigO-la revue électronique en sciences de l'environnement*
- [18] Margat J 2004 Programme des Nations Unies pour l'environnement plan d'action pour la Méditerranée: situation et perspectives MAP Technical Report Series No. 158 PNUE PAM.(158)
- [19] Commission O 1992 OSPAR Convention for the protection of the marine environment of the North-East Atlantic *OSPAR Commission, London, UK*
- [20] Rieussec E 2008 *Analyse comparative des différents modes de gestion des sédiments de dragage en milieux terrestre et marin* PhD Thesis (éditeur non identifié)
- [21] Environnement Canada, 2008. Critères pour l'évaluation de la qualité des sédiments au Québec et cadres d'application prévention, dragage et restauration. Environnement Canada, Montréal.
- [22] Miraoui M 2010 *Prétraitement et traitement des sédiments de dragage en vue d'une valorisation dans le génie civil* PhD Thesis (Lille 1)
- [23] Amar M A A 2017 *Traitement des sédiments de dragage pour une valorisation dans les matrices cimentaires* PhD Thesis (Lille 1)
- [24] Boucard L 2006 *Etude expérimentale: Valorisation de sédiments fluviaux stabilisés* PhD Thesis (Ecole Centrale de Lille)
- [25] Anon Arrêté du 9 août 2006 relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux
- [26] Guide GEODE_ERS_Volet B.pdf
- [27] *Arrêté du 14 juin 2000 relatif aux niveaux de référence à prendre en compte lors d'une analyse de sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire.*
- [28] DREAL Nord-Pas de Calais, "Sédiments Gestion à terre : Quelle réglementation ?," Medde, p. 12, 2012.
- [29] NF EN 14405-Characterisation des déchets - Essais de comportement à la lixiviation - Essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées)
- [30] Brakni S 2008 *Première approche vers une valorisation de granulats artificiels à base de sédiments de dragage portuaire: application en génie côtier* PhD Thesis (Artois)
- [31] Azrar H 2014 *Contribution à la valorisation des sédiments de dragage portuaire: technique routière, béton et granulats artificiels* PhD Thesis (Lille 1)

- [32] Nedloussi F, Benamara L and Ouhba K 2019 Utilisation des sédiments d'envasement de barrages comme matières premières locales dans la production des briques *Matériaux & Techniques* **107** 301
- [33] Djamila B, Nasreddine B and Mansour B 2019 Étude des caractéristiques thermiques et mécaniques des briques à base de sédiments de dragage portuaire *Matériaux & Techniques* **107** 405
- [34] Baraud F, Leleyter L, Poree S and Lecomte T 2023 Environmental availability of trace metals in a fired brick elaborated from a marine dredged sediment *Environmental Science and Pollution Research* 1–13
- [35] Hayek M, Soleimani T, Salgues M, El Bitouri Y, Souche J-C and Garcia-Diaz E 2022 La possibilité de valorisation des sédiments marins fins dans le matériau béton *NOMAD 2022-4e conférence internationale francophone Nouveaux Matériaux et Durabilité*
- [36] Monteiro L, Saiyouri N, Saliba J and Yanez-Godoy H 2022 Effet de la variabilité des sédiments de dragage sur les propriétés mécaniques d'un mortier géopolymérisé *NOMAD 2022-4e conférence internationale francophone Nouveaux Matériaux et Durabilité*
- [37] Khezami I 2014 *Approche expérimentale de valorisation des sédiments de dragage dans des applications de Génie Civil* PhD Thesis (Lille 1)
- [38] Amar M, Benzerzour M, Kleib J and Abriak N-E 2021 From dredged sediment to supplementary cementitious material: characterization, treatment, and reuse *International Journal of Sediment Research* **36** 92–109
- [39] Zhou A, Zhang W, Wei H, Liu T, Zou D and Guo H 2021 A novel approach for recycling engineering sediment waste as sustainable supplementary cementitious materials *Resources, Conservation and Recycling* **167** 105435
- [40] el Mahdi Safhi A, Benzerzour M, Rivard P and Abriak N-E 2019 Feasibility of using marine sediments in SCC pastes as supplementary cementitious materials *Powder Technology* **344** 730–40
- [41] BOUDINA T 2022 *Etude de l'influence de la granulométrie et de la nature des granulats recyclés sur les propriétés physico-mécaniques et la durabilité des bétons par la méthode des plans d'expériences*. PhD Thesis (Faculté des Sciences et de la technologie)
- [42] Bouarroudj M E 2019 *Utilisation de matériaux naturels modèles pour la formulation de mortier contenant des sables et des fines de granulats recyclés* PhD Thesis (Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai; Université de Liège)
- [44] NF EN 1097-6-Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : détermination de la masse volumique et du coefficient d'absorption d'eau
- [45] IFSTTAR, Méthode d'essai n° 78 – Essai sur granulats pour béton. Mesure de l'absorption totale d'eau par un sable concassé, 2011.

- [45] Silva R V, De Brito J and Dhir R K 2014 Properties and composition of recycled aggregates from construction and demolition waste suitable for concrete production *Construction and Building Materials* **65** 201–17
- [46] De Juan M S and Gutiérrez P A 2009 Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate *Construction and building materials* **23** 872–7
- [47] Chakradhara Rao M, Bhattacharyya S K and Barai S V 2011 Influence of field recycled coarse aggregate on properties of concrete *Materials and structures* **44** 205–20
- [48] Zhao Z, Remond S, Damidot D and Xu W 2013 Influence of hardened cement paste content on the water absorption of fine recycled concrete aggregates *Journal of Sustainable Cement-Based Materials* **2** 186–203
- [49] Evangelista L and de Brito J 2014 Concrete with fine recycled aggregates: a review *European Journal of Environmental and Civil Engineering* **18** 129–72
- [51] NF EN 1097-2-Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 2 : méthodes pour la détermination de la résistance à la fragmentation
- [51] Hansen T C 1986 Recycled aggregates and recycled aggregate concrete second state-of-the-art report developments 1945–1985 *Materials and structures* **19** 201–46
- [53] NF EN 933-11-Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 11 : essai de classification des constituants de gravillons recyclés
- [53] Rémond S, Mechling J M, Garcia-Diaz E, Lavaud R, Trauchessec R and Cazacliu B 2018 Caractérisation des granulats de béton recyclé
- [55] SETRA (2011)-Acceptabilité de matériaux alternatifs en technique routière-Évaluation environnementale
- [30] NF EN 12457-2-Characterisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2 : essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité)
- [56] Guide de terrassement routier (GTR), 1992
- [57] Guide de traitement des sols (GTS), 2000
- [58] NF P11-300-Exécution des terrassements - Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructures routières
- [59] NF EN 13286-47-Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 47 : méthode d'essai pour la détermination de l'indice portant Californien (CBR), de l'indice de portance immédiate (IPI) et du gonflement linéaire

- [60] Abriak Y, Maherzi W, Benzerzour M, Senouci A and Rivard P 2023 Valorization of Dredged Sediments and Recycled Concrete Aggregates in Road Subgrade Construction *Buildings* **13** 646
- [61] Mkahal Z, Mamindy-Pajany Y, Maherzii W and Abriak N-E 2022 Recycling of mineral solid wastes in backfill road materials: technical and environmental investigations *Waste and Biomass Valorization* **13** 667–87
- [62] Achour R 2013 *Valorisation et caractérisation de la durabilité d'un matériau routier et d'un béton à base de sédiments de dragage* PhD Thesis (Université de Sherbrooke)
- [63] Choquette M, Berube M-A and Locat J 1987 Mineralogical and microtextural changes associated with lime stabilization of marine clays from eastern Canada *Applied Clay Science* **2** 215–32
- [64] NF P94-100-Sols : reconnaissance et essais - Matériaux traités à la chaux et/ou aux liants hydrauliques - Essais d'évaluation de l'aptitude d'un sol au traitement
- [65] Taylor H F 1997 *Cement chemistry* vol 2 (Thomas Telford London)
- [66] NF EN 197-1-Ciment - Partie 1 : composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants
- [67] Rogue R H and Lerch W 1934 Hydration of Portland cement compounds *Industrial & Engineering Chemistry* **26** 837–47
- [68] Bordy A, Younsi A, Aggoun S and Fiorio B 2017 Cement substitution by a recycled cement paste fine: Role of the residual anhydrous clinker *Construction and Building Materials* **132** 1–8
- [69] Gineys N 2011 *Influence de la teneur en éléments métalliques sur les propriétés techniques et environnementales du ciment portland* PhD Thesis (Lille 1)
- [70] Boivin S G 1999 *Retrait au jeune âge du béton: Développement d'une méthode expérimentale et contribution à l'analyse physique du retrait endogène*— PhD Thesis (doctoral thesis, l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées)
- [71] Powers T C 1958 Structure and physical properties of hardened Portland cement paste *Journal of the American Ceramic Society* **41** 1–6
- [72] Melvin A 1939 Kinetics of phase change. I General theory *The Journal of Chemical Physics* **7** 1103–12
- [73] Knudsen T 1984 The dispersion model for hydration of Portland cement I. General concepts *Cement and Concrete Research* **14** 622–30
- [74] FUJII K and KONDO W 1974 Kinetics of the hydration of tricalcium silicate *Journal of the American Ceramic Society* **57** 492–7
- [75] Mounanga P, Khelidj A, Loukili A and Baroghel-Bouny V 2004 Predicting Ca (OH) 2 content and chemical shrinkage of hydrating cement pastes using analytical approach *Cement and Concrete Research* **34** 255–65

- [76] Lothenbach B, Le Saout G, Gallucci E and Scrivener K 2008 Influence of limestone on the hydration of Portland cements *Cement and Concrete Research* **38** 848–60
- [77] Van Breugel K 1993 Simulation of hydration and formation of structure in hardening cement-based materials.
- [78] Bentz D P and Bentz D P 2000 *CEMHYD3D: A three-dimensional cement hydration and microstructure development modelling package. Version 2.0* (US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology)
- [79] Florea M V A and Brouwers H J H 2012 Recycled concrete fines and aggregates: the composition of various size fractions related to crushing history *Proceedings of the international conference on building materials (IBAUSIL)* pp 1034–41
- [80] Oksri-Nelfia L, Mahieux P-Y, Amiri O, Turcry Ph and Lux J 2016 Reuse of recycled crushed concrete fines as mineral addition in cementitious materials *Mater Struct* **49** 3239–51
- [81] Bouarroudj M E, Rémond S, Bulteel D, Potier G, Michel F, Zhao Z and Courard L 2021 Use of grinded hardened cement pastes as mineral addition for mortars *Journal of Building Engineering* **34** 101863
- [82] Corinaldesi V and Moriconi G 2009 Behaviour of cementitious mortars containing different kinds of recycled aggregate *Construction and building materials* **23** 289–94
- [83] Nguyen V N 2016 *Valorisation de fines et granulats issus de bétons recyclés comme matériaux cimentaires: Enhancement of fine and aggregate issued from recycled concrete as cementitious materials* PhD Thesis (Toulouse 3)
- [84] Pereira P, Evangelista L and De Brito J 2012 The effect of superplasticisers on the workability and compressive strength of concrete made with fine recycled concrete aggregates *Construction and Building Materials* **28** 722–9
- [85] Khoshkenari A G, Shafigh P, Moghimi M and Mahmud H B 2014 The role of 0–2 mm fine recycled concrete aggregate on the compressive and splitting tensile strengths of recycled concrete aggregate concrete *Materials & Design* **64** 345–54
- [86] Cartuxo F, De Brito J, Evangelista L, Jimenez J R and Ledesma E F 2015 Rheological behaviour of concrete made with fine recycled concrete aggregates—Influence of the superplasticizer *Construction and Building Materials* **89** 36–47
- [87] Zhao Z, Remond S, Damidot D and Xu W 2015 Influence of fine recycled concrete aggregates on the properties of mortars *Construction and Building Materials* **81** 179–86
- [88] Poon C S, Shui Z H, Lam L, Fok H and Kou S C 2004 Influence of moisture states of natural and recycled aggregates on the slump and compressive strength of concrete *Cement and concrete research* **34** 31–6
- [89] Meftah 2013 Les granulats recyclés humidifier comportement des béton frais et durcis -
- [90] Evangelista L and de Brito J 2007 Mechanical behaviour of concrete made with fine recycled concrete aggregates *Cement and concrete composites* **29** 397–401

- [91] Zega C J and Di Maio Á A 2011 Use of recycled fine aggregate in concretes with durable requirements *Waste management* **31** 2336–40
- [92] Khatib J M 2005 Properties of concrete incorporating fine recycled aggregate *Cement and concrete research* **35** 763–9
- [93] Crocetti P, González-Camejo J, Li K, Foglia A, Eusebi A L and Fatone F 2022 An overview of operations and processes for circular management of dredged sediments *Waste Management* **146** 20–35
- [94] Cabrerizo A 2019 *Caractérisation et traitement de matériaux excavés et de sédiments marins et fluviaux en vue d'une valorisation en technique routière* PhD Thesis (Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai)
- [95] Bellara S, Levacher D, Mezazigh S and Hidjeb M 2020 Valorisation des sédiments du barrage de Zardezas (Algérie): Caractérisation et aptitude au compactage des sédiments *XVIème Journées Nationales Génie Côtier-Génie Civil XVIème* (Editions Paralia) pp 571–80
- [96] Larouci A, Senhadji Y, Laoufi L and Benazzouk A 2021 Dredged Dam Raw Sediments Geotechnical Characterization for Beneficial Use in Road Construction *International Journal of Engineering Research in Africa* vol 57 (Trans Tech Publ) pp 81–98
- [97] Slama A B, Feki N, Levacher D and Zairi M 2021 Valorization of harbor dredged sediment activated with blast furnace slag in road layers *International Journal of Sediment Research* **36** 127–35
- [98] Hussan A, Levacher D, Mezazigh S and Jardin L 2023 Co-valorization of sediments incorporating high and low organic matter with alkali-activated GGBS and hydraulic binder for use in road construction *Journal of Building Engineering* 105848
- [99] Loudini A, Ibnoussina M, Witam O, Limam A and Turchanina O 2020 Valorisation of dredged marine sediments for use as road material *Case Studies in Construction Materials* **13** e00455
- [100] Banoune B, Melbouci B, Rosquoët F and Langlet T 2016 Treatment of river sediments by hydraulic binders for valorization in road construction *Bulletin of Engineering Geology and the Environment* **75** 1505
- [101] Hamouche F and Zentar R 2020 Effects of organic matter on mechanical properties of dredged sediments for beneficial use in road construction *Environmental technology* **41** 296–308
- [102] Wang D, Abriak N E and Zentar R 2017 Dredged marine sediments used as novel supply of filling materials for road construction *Marine Georesources & Geotechnology* **35** 472–80
- [103] Maherzi W, Benzerzour M, Mamindy-Pajany Y, van Veen E, Boutouil M and Abriak N E 2018 Beneficial reuse of Brest-Harbor (France)-dredged sediment as alternative material in road building: laboratory investigations *Environmental technology* **39** 566–80

- [104] Zhang C, Hu M, Di Maio F, Sprecher B, Yang X and Tukker A 2022 An overview of the waste hierarchy framework for analyzing the circularity in construction and demolition waste management in Europe *Science of the Total Environment* **803** 149892
- [105] Nedeljković M, Visser J, Šavija B, Valcke S and Schlangen E 2021 Use of fine recycled concrete aggregates in concrete: A critical review *Journal of Building Engineering* **38** 102196
- [106] de Andrade Salgado F and de Andrade Silva F 2022 Recycled aggregates from construction and demolition waste towards an application on structural concrete: A review *Journal of Building Engineering* **52** 104452
- [107] Raman J V M and Ramasamy V 2021 Various treatment techniques involved to enhance the recycled coarse aggregate in concrete: A review *Materials Today: Proceedings* **45** 6356–63
- [108] Gunasekar S, Ramesh N and Shivani G 2019 Effective utilisation of construction and demolition waste (Cdw) as recycled aggregate in concrete construction—a critical review *International Research Journal of Multidisciplinary Technovation* **1** 465–9
- [109] Sata V and Chindaprasirt P 2020 Use of construction and demolition waste (CDW) for alkali-activated or geopolymer concrete *Advances in construction and demolition waste recycling* (Elsevier) pp 385–403
- [110] Schoon J, De Buysser K, Van Driessche I and De Belie N 2015 Fines extracted from recycled concrete as alternative raw material for Portland cement clinker production *Cement and Concrete Composites* **58** 70–80
- [111] Diliberto C, Lecomte A, Mechling J-M, Izoret L and Smith A 2017 Valorisation of recycled concrete sands in cement raw meal for cement production *Materials and structures* **50** 1–12
- [112] Krour H, Trauchessec R, Lecomte A, Diliberto C, Barnes-Davin L, Bolze B and Delhay A 2020 Incorporation rate of recycled aggregates in cement raw meals *Construction and Building Materials* **248** 118217
- [113] Topič J, Prošek Z and Plachý T 2017 Influence of increasing amount of recycled concrete powder on mechanical properties of cement paste *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **236** 012094
- [114] Martínez-García R, Rojas M I S de, Pozo J M M, Fraile-Fernández F J and Juan-Valdés A 2021 Evaluation of mechanical characteristics of cement mortar with fine recycled concrete aggregates (FRCA) *Sustainability* **13** 414
- [115] Gonçalves T, Silva R V, De Brito J, Fernández J M and Esquinas A R 2020 Mechanical and durability performance of mortars with fine recycled concrete aggregates and reactive magnesium oxide as partial cement replacement *Cement and Concrete Composites* **105** 103420
- [116] Silva S, Evangelista L and De Brito J 2021 Durability and shrinkage performance of concrete made with coarse multi-recycled concrete aggregates *Construction and Building Materials* **272** 121645

- [117] Kapoor K and Bohroo A U R 2019 Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate *Sustainable Engineering* 337–47
- [118] Tam V W, Soomro M and Evangelista A C J 2021 Quality improvement of recycled concrete aggregate by removal of residual mortar: A comprehensive review of approaches adopted *Construction and Building Materials* **288** 123066
- [119] Cabalar A F, Zardikawi O A A and Abdulnafaa M D 2019 Utilisation of construction and demolition materials with clay for road pavement subgrade *Road Materials and Pavement Design* **20** 702–14
- [120] Cardoso R, Silva R V, de Brito J and Dhir R 2016 Use of recycled aggregates from construction and demolition waste in geotechnical applications: A literature review *Waste management* **49** 131–45
- [121] ISO 13320-Analyse granulométrique — Méthodes par diffraction laser
- [122] XP P94-041-Sols : reconnaissance et essais - Identification granulométrique - Méthode de tamisage par voie humide.
- [123] XP P94-047-Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un matériau - Méthode par calcination.
- [124] NF P94-068-Sols : reconnaissance et essais - Mesure de la capacité d'adsorption de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux - Détermination de la valeur de bleu de méthylène d'un sol ou d'un matériau rocheux par l'essai à la tache.
- [125] NF EN ISO 17892-12-Reconnaissance et essais géotechniques - Essais de laboratoire sur les sols - Partie 12 : détermination des limites de liquidité et de plasticité
- [126] NF EN 1097-7-Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 7 : détermination de la masse volumique absolue du filler - Méthode au pycnomètre
- [127] NF EN 13286-2-Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 2 : méthodes d'essai de détermination en laboratoire de la masse volumique de référence et de la teneur en eau - Compactage Proctor
- [128] NF P94-093-Sols : reconnaissance et essais - Détermination des références de compactage d'un matériau - Essai Proctor Normal - Essai Proctor modifié
- [129] NF EN 13286-53-Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 53 : méthode de confection par compression axiale des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques
- [130] NF EN 13286-41-Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 41 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à la compression des mélanges traités aux liants hydrauliques
- [131] NF EN 13286-42-Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 42 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à traction indirecte des mélanges traités aux liants hydrauliques

- [132] NF EN 13286-43-Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 43 : méthode d'essai pour la détermination du module d'élasticité des mélanges traités aux liants hydrauliques
- [133] NF EN 13286-49-Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 49 : essai de gonflement accéléré pour sol traité à la chaux et/ou avec un liant hydraulique
- [134] CEREMA-Acceptabilité environnementale de matériaux alternatifs en technique routière - Les matériaux de déconstruction issus du BTP
- [135] Djeran-Maigre I, RAZAKAMANANTSOA A, Levacher D, HUSSAIN M and DELFOSSE E A Relevant Characterization of Usumacinta River Sediments for a Reuse in Earthen Construction and Agriculture *Available at SSRN 4341668*
- [136] Pu H, Mastoi A K, Chen X, Song D, Qiu J and Yang P 2021 An integrated method for the rapid dewatering and solidification/stabilization of dredged contaminated sediment with a high water content *Frontiers of Environmental Science & Engineering* **15** 1–12
- [137] Kasmi A, Abriak N-E, Benzerzour M and Azrar H 2017 Environmental impact and mechanical behavior study of experimental road made with river sediments: recycling of river sediments in road construction *Journal of Material Cycles and Waste Management* **19** 1405–14
- [138] XP CEN/TS 17693-1-Terrassements - Essais de traitement de sol - Partie 1 : essai pH pour la détermination du besoin en chaux pour la stabilisation des sols (Point de fixation de la chaux LFP, Optimum de modification de la chaux LMO)
- [139] Kajaste R and Hurme M 2016 Cement industry greenhouse gas emissions—management options and abatement cost *Journal of cleaner production* **112** 4041–52
- [140] Habert G and Roussel N 2009 Study of two concrete mix-design strategies to reach carbon mitigation objectives *Cement and Concrete Composites* **31** 397–402
- [141] Habert G and Roussel N 2008 Comment concevoir un béton ayant un faible impact environnemental? *XXVIEMES RENCONTRES UNIVERSITAIRES DE GENIE CIVIL: AUGC 2008*
- [142] Bouillon-Duparc H 2021 Building waste: recycling under scrutiny | Capteurs d'Avenir *Pollutec Learn & Connect | English*
- [143] Nixon P J 1978 Recycled concrete as an aggregate for concrete—a review *Matériaux et Construction* **11** 371–8
- [144] Safiuddin M, Alengaram U J, Rahman M M, Salam M A and Jumaat M Z 2013 Use of recycled concrete aggregate in concrete: a review *Journal of Civil Engineering and Management* **19** 796–810
- [145] Sri Ravindrarajah R, Loo Y H and Tam C T 1987 Recycled concrete as fine and coarse aggregates in concrete *Magazine of concrete research* **39** 214–20

- [146] Limbachiya M C, Leelawat T and Dhir R K 2000 Use of recycled concrete aggregate in high-strength concrete *Materials and structures* **33** 574–80
- [147] Braga M, De Brito J and Veiga R 2012 Incorporation of fine concrete aggregates in mortars *Construction and Building Materials* **36** 960–8
- [148] Neno C, Brito J de and Veiga R 2014 Using fine recycled concrete aggregate for mortar production *Materials research* **17** 168–77
- [149] Mehta A and Ashish D K 2020 Silica fume and waste glass in cement concrete production: A review *Journal of Building Engineering* **29** 100888
- [150] Zhang J and Scherer G W 2011 Comparison of methods for arresting hydration of cement *Cement and Concrete Research* **41** 1024–36
- [151] Alarcon-Ruiz L, Platret G, Massieu E and Ehrlacher A 2005 The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste *Cement and Concrete research* **35** 609–13
- [152] Loukili A 1996 *Etude du retrait et du fluage de Bétons à Ultra-Hautes Performances* PhD Thesis (Nantes)
- [153] Castellote M, Alonso C, Andrade C, Turrillas X and Campo J 2004 Composition and microstructural changes of cement pastes upon heating, as studied by neutron diffraction *Cement and concrete research* **34** 1633–44
- [154] Alonso C and Fernandez L 2004 Dehydration and rehydration processes of cement paste exposed to high temperature environments *Journal of materials science* **39** 3015–24
- [155] Anon NF EN 196-3 Standard -Methods for testing cements - Part 3 : determination of setting time and stability
- [156] Anon NF EN 196-1 standard-Test methods for cements - Part 1: determination of strengths
- [157] Scrivener K, Snellings R and Lothenbach B 2016 *A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials* vol 540 (Crc Press Boca Raton, FL, USA:)
- [158] Bentz D P, Jones S Z and Lootens D 1906 Minimizing paste content in concrete using limestone powders—demonstration mixtures *NIST technical note* **38**
- [159] Ye G, Liu X, De Schutter G, Poppe A-M and Taerwe L 2007 Influence of limestone powder used as filler in SCC on hydration and microstructure of cement pastes *Cement and Concrete Composites* **29** 94–102
- [160] Berodier E and Scrivener K 2014 Understanding the Filler Effect on the Nucleation and Growth of C-S-H ed G Scherer *J. Am. Ceram. Soc.* **97** 3764–73
- [161] Beaudoin J and Odler I 2019 Hydration, setting and hardening of Portland cement *Lea's chemistry of cement and concrete* **5** 157–250

- [162] Zhang Y and Zhang X 2008 Research on effect of limestone and gypsum on C3A, C3S and PC clinker system *Construction and building materials* **22** 1634–42
- [163] Bentz D P, Ardani A, Barrett T, Jones S Z, Lootens D, Peltz M A, Sato T, Stutzman P E, Tanesi J and Weiss W J 2015 Multi-scale investigation of the performance of limestone in concrete *Construction and Building Materials* **75** 1–10
- [164] Bouasker M, Mounanga P, Turcry P, Loukili A and Khelidj A 2008 Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: Effect of limestone filler and granular inclusions *Cement and Concrete Composites* **30** 13–22
- [165] Poppe A-M and De Schutter G 2005 Cement hydration in the presence of high filler contents *Cement and Concrete Research* **35** 2290–9
- [166] Mehdizadeh H, Jia X, Mo K H and Ling T-C 2021 Effect of water-to-cement ratio induced hydration on the accelerated carbonation of cement pastes *Environmental Pollution* **280** 116914
- [167] Zajac M, Rossberg A, Le Saout G and Lothenbach B 2014 Influence of limestone and anhydrite on the hydration of Portland cements *Cement and Concrete Composites* **46** 99–108
- [168] Vance K, Aguayo M, Oey T, Sant G and Neithalath N 2013 Hydration and strength development in ternary portland cement blends containing limestone and fly ash or metakaolin *Cement and Concrete Composites* **39** 93–103
- [169] Snellings R, Suraneni P and Skibsted J 2023 Future and emerging supplementary cementitious materials *Cement and concrete research* **171** 107199
- [170] Kim Y-Y, Lee K-M, Bang J-W and Kwon S-J 2014 Effect of W/C ratio on durability and porosity in cement mortar with constant cement amount *Advances in Materials Science and Engineering* **2014**
- [171] Chaussadent T, Baroghel-Bouny V, Hornain H, Rafäi N and Ammouche A 2000 Effect of water-cement ratio of cement pastes on microstructural characteristics related to carbonation process *Special Publication* **192** 523–38
- [172] Chu D C, Kleib J, Amar M, Benzerzour M and Abriak N-E 2022 Recycling of dredged sediment as a raw material for the manufacture of Portland cement–Numerical modeling of the hydration of synthesized cement using the CEMHYD3D code *Journal of Building Engineering* **48** 103871
- [173] Van Breugel K 1992 Numerical simulation of hydration and microstructural development in hardening cement-based materials *HERON*, *37* (3), 1992
- [174] Li T, Xiao J and Zhu C 2016 Hydration process modeling of ITZ between new and old cement paste *Construction and Building Materials* **109** 120–7
- [175] Bentz D P 1997 Three-dimensional computer simulation of Portland cement hydration and microstructure development *J. Am. Ceram. Soc.* **80** 3–21

- [176] Zhang H and Odler I 1996 Investigations on high SO₃ Portland clinkers and cements II. Properties of cements *Cement and concrete research* **26** 1315–24
- [177] Baffoe E and Ghahremaninezhad A 2022 On the interaction between proteins and cracked cementitious surface *Construction and Building Materials* **352** 128982
- [178] Van Bunderen C, Benboudjema F, Snellings R, Vandewalle L and Cizer Ö 2021 Experimental analysis and modelling of mechanical properties and shrinkage of concrete recycling flash calcined dredging sediments *Cement and Concrete Composites* **115** 103787
- [179] Snellings R, Horckmans L, Van Bunderen C, Vandewalle L and Cizer Ö 2017 Flash-calcined dredging sediment blended cements: effect on cement hydration and properties *Materials and Structures* **50** 1–12
- [180] Chu D C, Amar M, Kleib J, Benzerzour M, Betrancourt D, Abriak N-E and Nadah J 2022 The Pozzolanic Activity of Sediments Treated by the Flash Calcination Method *Waste and Biomass Valorization* **13** 4963–82
- [181] Faure A, Coudray C, Anger B, Moulin I, Colina H, Izoret L, Théry F and Smith A 2019 Beneficial reuse of dam fine sediments as clinker raw material *Construction and Building Materials* **218** 365–84
- [182] Banfill P F G and Saunders D C 1986 The relationship between the sorption of organic compounds on cement and the retardation of hydration *Cement and Concrete Research* **16** 399–410
- [183] Kasmi A, Abriak N-E, Benzerzour M and Azrar H 2017 Effect of dewatering by the addition of flocculation aid on treated river sediments for valorization in road construction *Waste and biomass valorization* **8** 585–97
- [184] Buth E, Ivey D L and Hirsch T J 1967 Clay, Aggregate, and Concrete
- [185] Norvell J K, Stewart J G, Juenger M C and Fowler D W 2007 Influence of clays and clay-sized particles on concrete performance *Journal of materials in civil engineering* **19** 1053–9
- [186] Yalley P P and Sam A 2018 Effect of sand fines and water/cement ratio on concrete properties *Civil Engineering Research Journal* **4** 1–7
- [187] Zeraoui A, Maherzi W, Benzerzour M, Abriak N E and Aouad G 2023 Development of Flash-Calcined Sediment and Blast Furnace Slag Ternary Binders *Buildings* **13** 333
- [188] Anon Méthode d'essai des LPC N°66: réactivité d'un béton vis-à-vis d'une réaction sulfatique interne
- [189] Zhang J, Sun M, Hou D and Li Z 2017 External sulfate attack to reinforced concrete under drying-wetting cycles and loading condition: Numerical simulation and experimental validation by ultrasonic array method *Construction and Building Materials* **139** 365–73

- [190] Zhang H, Ji T and Liu H 2020 Performance evolution of recycled aggregate concrete (RAC) exposed to external sulfate attacks under full-soaking and dry-wet cycling conditions *Construction and Building Materials* **248** 118675
- [191] Gao J, Yu Z, Song L, Wang T and Wei S 2013 Durability of concrete exposed to sulfate attack under flexural loading and drying–wetting cycles *Construction and Building Materials* **39** 33–8
- [192] Anon NF P18-454-Béton - Réactivité d'une formule de béton vis-à-vis de l'alcali-réaction - Essai de performance
- [193] Cheng S, Shui Z, Sun T, Yu R and Zhang G 2018 Durability and microstructure of coral sand concrete incorporating supplementary cementitious materials *Construction and Building Materials* **171** 44–53
- [194] Pavoine A and Divet L 2003 Reactivite d'une formule de beton vis-a-vis d'une reaction sulfatique interne. Essai de performance *TECHNIQUES ET METHODES DES LABORATOIRES DES PONTS ET CHAUSSEES-PROJET DE METHODE D'ESSAI DES LPC*
- [195] Zeraoui A 2020 *Approche opérationnelle pour une gestion durable des sédiments de dragage dans des filières de génie civil* PhD Thesis (Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Lille Douai)
- [196] Bulteel D, Cyr M, Tegguer A D, Ghorbel E, Lecomte A, Leklou N, Lenormand T, Mai-Nhu J, Mechling J M and Moulin I 2018 Propriétés liées à la durabilité: Chapitre 12. In: " Le béton recyclé"
- [197] El-Hachem R, Rozière E, Grondin F and Loukili A 2012 New procedure to investigate external sulphate attack on cementitious materials *Cement and Concrete Composites* **34** 357–64
- [198] Leemann A, Münch B, Gasser P and Holzer L 2006 Influence of compaction on the interfacial transition zone and the permeability of concrete *Cement and Concrete Research* **36** 1425–33
- [199] Otsuki N, Miyazato S and Yodsudjai W 2003 Influence of recycled aggregate on interfacial transition zone, strength, chloride penetration and carbonation of concrete *Journal of materials in civil engineering* **15** 443–51
- [200] Du T, Wang W H, Lin H L, Liu Z X and Liu J 2010 Experimental study on interfacial strength of the high performance recycled aggregate concrete *Earth and Space 2010: Engineering, Science, Construction, and Operations in Challenging Environments* pp 2821–8
- [201] Rasheeduzzafar K 1984 Recycled Concrete-a source of new aggregate fo r concrete *Conc rete and Agg regates (ASTM)* 17-27
- [202] Xiao J, Li W, Sun Z and Shah S P 2012 Crack Propagation in Recycled Aggregate Concrete under Uniaxial Compressive Loading. *ACI Materials Journal* **109**

-
- [203] Tam V W, Gao X F and Tam C M 2005 Microstructural analysis of recycled aggregate concrete produced from two-stage mixing approach *Cement and concrete research* **35** 1195–203
- [204] Brunetaud X, Khelifa M-R and Al-Mukhtar M 2012 Size effect of concrete samples on the kinetics of external sulfate attack *Cement and Concrete Composites* **34** 370–6
- [205] Anon ASTM C1012-Standard Test Method for Length Change of Hydraulic-Cement Mortars Exposed to a Sulfate Solution
- [206] Houst Y F and Wittmann F H 1989 *Difusion de gaz et durabilité du béton armé* (IABSE)
- [207] Deneele D, Dony A, Colin J, Herrier G and Lesueur D 2021 The carbonation of a lime-treated soil: experimental approach *Materials and Structures* **54** 1–12
- [208] Kurt H 2000 Perméabilité au gaz des bétons *Bulletin du ciment* **68** 3–6

ANNEXES

Annexe 1. Niveaux relatifs aux éléments traces (en µg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm)

Éléments traces	Niveau N1	Niveau N2
Arsenic	25	50
Cadmium	1.2	2.4
Chrome	90	180
Cuivre	45	90
Mercure	0,4	0,8
Nickel	37	74
Plomb	100	200
Zinc	276	552

Annexe 2. Niveaux relatifs au PCB (en µg/kg de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm)

PCB	Niveau N1	Niveau N2
PCB congénère 28	5	10
PCB congénère 101	10	20
PCB congénère 118	10	20
PCB congénère 138	20	40
PCB congénère 153	20	40
PCB congénère 180	10	20

Annexe 3. Niveaux relatifs au HAP (en $\mu\text{g}/\text{kg}$ de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm)

HAP	Niveau N1	Niveau N2
Naphtalène	160	1130
Acénaphène	15	260
Acénaphthylène	40	340
Fluorène	20	280
Anthracène	85	590
Phénanthrène	240	870
Fluoranthène	600	2850
Pyrène	500	1500
Benzo [a] anthracène	260	930
Chrysène	380	1590
Benzo [b] fluoranthène	400	900
Benzo [k] fluoranthène	200	400
Benzo [a] pyrène	430	1015
Di benzo [a, h] anthracène	60	160
Benzo [g, h,i] pérylène	1700	5650
Indéno [1,2,3-cd] pyrène	1700	5650

Annexe 4. Niveaux relatifs au TBT (en $\mu\text{g}/\text{kg}$ de sédiment sec analysé sur la fraction inférieure à 2 mm)

Paramètre	Niveau N1	Niveau 2
TBT	100	400

Annexe 5. Récapitulatif des différents paramètres à respecter dans le sédiment et dans l'éluât pour chaque installation de stockage envisagée (mg/kg)

Paramètres	Seuils stockage de déchets inertes (ISDI)*	Seuils stockage de déchets non dangereux (ISDND)**	Seuils stockage de déchets dangereux (ISDD)***
Paramètres physiques			
Siccité	>30%	>30%	>30%
Température	< 60°C	< 60°C	< 60°C
pH	-	≥ 6	Entre 4 et 13
BTEX	6	-	-
HAP	50	-	-
HCT	500	2500	50000
PCB	1	50	50
COT	30 000	50 000	60 000
Eluât NF EN 12457-2 [55] (2002)			
COT	500	800	1000
Fraction soluble globale	4000	60 000	100 000
As	0,5	2	25
Ba	20	100	300
Cd	0,04	1	5
Cr total	0,5	10	70
Cu	2	50	100
Hg	0,01	0,2	2
Mo	0,5	10	30
Ni	0,4	10	40
Pb	0,5	10	50
Sb	0,06	0,7	5
Se	0,1	0,5	7
Zn	4	50	200
Chlorures	800	15 000	25 000
Fluorures	10	150	500
Sulfates	1000	20 000	50 000
Indice phénols	1	3	1000