



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

UNIVERSITÉ HENRI POINCARÉ
FACULTÉ DES SCIENCES
DEPART. DES SCIENCES
GÉOLOGIE



U.F.R. Sciences et Techniques de la Matière et Procédés
Ecole Doctorale : PROMEMA

Thèse

Présentée pour l'obtention du titre de
Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I
en Géologie Appliquée au Génie Civil

par
Jean-Michel MECHLING

Formulation de bétons courants avec les Grès du Luxembourg et les kieselguhrs usagés des brasseries

Soutenue publiquement le
15 juin 2000

Membres du Jury :

Président :	M. Bernard HAGUENAUER	Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy I
Directeur de thèse :	M. André LECOMTE	Maître de Conférences, Université Henri Poincaré, Nancy I
Rapporteurs :	M. Robert DEGEIMBRE	Professeur, Université de Liège
	M. François DE LARRARD	Chef de la division MMCRE, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Nantes
Examineurs :	M. Omer EVRARD	Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy I
	M. Guy SCHARFE	Directeur, Laboratoire d'Essais des Matériaux Ponts et Chaussées du Grand-Duché du Luxembourg
Invités :	M. Roland DEVIS	Directeur, Société Greenworld, Mamer, Belgique
	M. Ferdinand FEIDT	Directeur, Bétons Feidt Sarl, Luxembourg
	M. Claude STEICHEN	Chef Section Bétons, Laboratoire d'Essais des Matériaux Ponts et Chaussées du Grand-Duché du Luxembourg

**Jeune Equipe 2167 « Structure et Matériaux » - Equipe de Géologie Appliquée
IUT de Nancy-Brabois - 54601 Villers-lès-Nancy Cédex**

AVANT-PROPOS

Ce travail de thèse a été initié par Monsieur Guy Scharfe, directeur du Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Grand Duché du Luxembourg. Il s'agit d'une recherche programmée sur trois ans directement tournée vers le monde industriel, où deux partenaires luxembourgeois ont été impliqués dès le départ dans le projet : les sociétés Bétons Feidt (Luxembourg-Ville) et GreenWorld (Mamer).

Arrivé au terme de ce travail, je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude aux partenaires qui ont financé le projet ; le Ministère de l'Education Nationale et de la Formation Professionnelle du Grand Duché du Luxembourg l'a rendu possible grâce à l'octroi d'une bourse d'étude ; les sociétés Bétons Feidt et GreenWorld ont financé les aspects matériels du projet.

Je remercie plus particulièrement Messieurs Ferdinand Feidt et Roland Devis, respectivement directeurs de ces deux sociétés qui ont témoigné beaucoup d'intérêt pour ce travail et ont bien voulu faire partie de mon jury de thèse.

En assurant le suivi et la coordination du projet entre les différents partenaires, Messieurs Guy Scharfe et Claude Steichen, ingénieur au Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Grand-Duché du Luxembourg, ont assuré la cohérence scientifique et le bon déroulement de cette étude. Ils ont également participé à certaines phases de la recherche, en doublant certains essais menés à Nancy. Je les remercie vivement pour leur implication, et d'avoir accepté de faire partie du jury.

D'une manière générale, je tiens aussi à remercier ces différents partenaires (sans oublier Messieurs Guy Feidt et Michel Pirrote) pour la qualité et la gentillesse de leur accueil ainsi que pour les remarques constructives qu'ils m'ont suggérées lors de nos réunions périodiques de travail au Luxembourg.

Enfin, pour achever la présentation des différents acteurs de cette étude, je tiens à adresser mes sincères remerciements à Monsieur Bernard Haguenauer, Professeur et directeur de la Jeune Equipe 2167 « Structures et Matériaux » de l'Université Henri Poincaré Nancy I. Il m'a accueilli et fait confiance au sein de son équipe tout au long de ma formation de troisième cycle universitaire. Il me fait aussi l'honneur de présider le jury de thèse.

Je remercie également Monsieur André Lecomte Maître de Conférences à l'IUT de Nancy-Brabois qui a encadré mes recherches. Sous sa direction, j'ai assurément beaucoup appris durant ces trois années.

Monsieur Robert Degeimbre, Professeur à l'Université de Liège, dont certains thèmes de recherche recoupent celles de la Jeune Equipe, a accepté d'être rapporteur de ce travail. Qu'il en soit sincèrement remercié.

Monsieur François de Larrard, Chef de la division MMCRE du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (Nantes), dont l'autorité scientifique dans le domaine des bétons est internationalement reconnue, m'a fait l'honneur d'accepter d'être l'autre rapporteur de ma thèse. Je le remercie d'avoir répondu favorablement à cette demande malgré ses multiples occupations.

J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur Omer Evrard, Professeur à l'Université Henri Poincaré, pour m'avoir permis d'effectuer de nombreuses analyses chimiques au sein de son Laboratoire de Chimie du Solide Minéral et d'avoir accepté d'être examinateur dans mon jury de thèse.

Je dois beaucoup à Myriam Bondant qui m'a guidé dans les arcanes de la chimie minérale. Des nombreuses observations au microscope électronique en passant par le suivi de l'analyse des données et leur mise en forme écrite, elle m'a consacré de nombreuses journées et a réellement encadré cette partie de ma recherche. Je lui adresse un grand merci.

Laurence Prin-Ferreira, doctorante au Laboratoire de Chimie du Solide Minéral, m'a également aidé à mener certaines analyses et je lui adresse aussi tous mes remerciements.

Je n'oublie pas que ce travail a été mené à bien avec le concours et les encouragements d'un certain nombre de personnes que je tiens à remercier.

L'équipe du Service Commun de micro-analyses et plus particulièrement Jacqueline Joffrin et Alain Kohler. Leur grande expérience a été précieuse pour l'obtention de clichés à haute résolution.

Monsieur Montanari, Responsable du laboratoire d'analyse par fluorescence X (Service commun du Département des Sciences de la Terre de l'Université Henri Poincaré), qui en plus des analyses effectuées a mis à ma disposition un four de laboratoire pour la calcination des kieselguhrs.

Monsieur Even et madame Gotz, qui ont réalisé une grande partie des diffractogrammes présentés dans ce travail.

Messieurs Gasch et Schmidt, qui au sein de la société Bétons Feidt, m'ont permis de mener à bien certains essais sur des bétons ou lors du concassage expérimental.

L'étude des grès et certaines méthodes de mesure de la compacité des kieselguhrs ont nécessité la réalisation de lames minces difficiles à fabriquer. Leur obtention a demandé tout le savoir-faire de Bertrand Renaudie.

Les sociétés CECA, Dicalite, et les brasseries Jupiler et Desplenter (Belgique) ont gracieusement fourni à plusieurs reprises des échantillons de diatomites et perlites neuves ou des kieselguhrs usagés.

L'Institut Français de Brasserie Malterie et notamment monsieur Jolibert, ont eu l'amabilité de me communiquer des renseignements sur les différentes techniques de filtration de la bière.

Les personnels du service technique du Département Génie Civil de l'I.U.T. de Nancy-Brabois pour leur grande disponibilité et leur gentillesse amicale. Une mention particulière peut être décernée à Jean-Paul Glez et Olivier Français qui ont usiné et fabriqué des pièces nécessaires à certaines expérimentations.

Les enseignants du Département de Génie Civil de l'I.U.T. de Nancy-Brabois, et plus particulièrement les enseignants de l'Equipe de Géologie Appliquée (André Boudon, Jacky Defez, François Desnouvaux et Jean-Pierre Prost), pour leur sympathie et leurs conseils avisés, parfois teintés d'ironie (« la formule optimale de béton consiste-t-elle réellement à mélanger 3 brouettes et 1 sac de ciment ?!... » cela reste à démontrer dans une prochaine thèse).

Mes collègues doctorants du laboratoire, Nelly Vulcano-Greullet, Abdollah Sadeghi, ou d'autres équipes de recherche comme Arnaud Milandri (...) m'ont permis de passer ces dernières années d'étude dans la bonne humeur.

Je terminerai par une pensée et des remerciements très reconnaissants, adressés à mes parents qui m'ont à la fois permis et largement incité à poursuivre des études. Je leur dédie ce travail, ainsi qu'à Sophie, ma fiancée.

S.C.D. - U.M.P. NANCY 1
BIBLIOTHEQUE DES SCIENCES
15/05/2007 14:00:00
15/05/2007 14:00:00

1

3.2. Présentation des kieselguhrs de récupération étudiés	74
3.2.1. Origine et provenance	74
3.2.2. Aspect des kieselguhrs en sortie de filtre, teneur en eau et matière organique	75
3.2.3. Effets de l'incorporation dans des mortiers de diatomites non calcinées	75
3.2.4. Les différents traitements envisageables	76
3.3. Calcination des kieselguhrs de brasseries et répercussions sur les propriétés	77
3.3.1. Perte au feu en fonction de la température et de la durée de la calcination	77
3.3.2. Evolution de la densité en fonction de la température	80
3.3.3. Evolution de la demande en eau	80
3.3.4. Evolution minéralogique	81
3.3.5. Evolution de la granularité	82
3.3.6. Analyses complémentaires sur les conséquences de la calcination à 500°C	83
3.3.7. Conclusion	84
3.4. Retraitement des kieselguhrs pour les bétons expérimentaux	84
3.5. Réflexions sur l'élaboration d'un process industriel	85
3.5.1. Aspect législatif	85
3.5.2. Aspect technique : séchage et calcination des produits	86
3.5.3. Solutions envisageables	87
3.6. Conclusion	89
4. IDENTIFICATION ET REACTIVITE DES KIESELGUHRS EN PRESENCE DE LIANTS HYDRAULIQUES	
4.1. Réactivité des kieselguhrs : étude bibliographique	
4.1.1. Réactivité de l'opale en milieu basique	9.
4.1.2. Réactivité des kieselguhrs dans des mortiers et bétons	94
4.2. Techniques susceptibles de permettre l'étude des propriétés des kieselguhrs	95
4.2.1. Les techniques classiques	95
4.2.2. Mesure de compacité	95
4.1.3. Essais de quantification de l'absorption par évaporation d'eau	97
4.1.4. Mesure de la pouzzolanité	99
4.1.5. Quantification de la phase amorphe	101
4.3. Diatomites et perlites neuves utilisées dans les études de la réactivité	101
4.3.1. Présentation générale des échantillons	101
4.3.2. Composition chimique et minéralogique	102
4.1.3. Propriétés morphologiques	106
4.1.4. Propriétés physiques : absorption et compacité	112
4.4. Etude de la réactivité par des méthodes physico-chimiques	114
4.4.1. Mesure de la pouzzolanité par conductivimétrie	114
4.1.2. Mesure de la pouzzolanité par l'essai Chapelle accéléré à 100°C.	115
4.1.3. Bilan	118
4.5. Etude de la réactivité par des essais mécaniques sur des mortiers	119
4.5.1. But des essais	119
4.5.2. Plan expérimental	119
4.5.3. Conditions expérimentales	122
4.5.4. Evolution dans le temps de la résistance mécanique des mortiers	123
4.5.5. Résistances des essais comparés aux témoins, à 28 jours	129
4.1.6. Détermination d'un coefficient d'activité des poudres sur les mortiers à 28 jours	135
4.1.7. Discussion	136
4.6. Etude de la réactivité sur des pâtes et des mortiers : approche chimique	138
4.6.1. Présentation des techniques utilisées	138
4.6.2. Etude des pâtes de ciment durci	139
4.6.3. Etude des mortiers	153
4.6.4. Conclusion	157

4.7. Influence de l'ajout des kieselguhrs sur la prise hydraulique	158
4.8. Proposition d'un protocole d'identification	160
4.8.1. Les essais de base :	160
4.8.2. Essais destinés à une étude approfondie	161
4.8.3. Bilan	162
4.9. Conclusion	163
5. Les BETONS DE GRES FORMULATION THEORIQUE	167
5.1. Formules a realiser	169
5.1.1. Rappel des spécifications de la norme BPE française P 18-305	169
5.1.2. Impératifs d'usage	170
5.1.3. Spécifications retenues pour les formulations	171
5.2. Démarches de la formulation théorique	171
5.2.1. Le modèle de suspension solide : aspect théorique	172
5.2.2. Viscosités relatives	173
5.3. Etude des compacités monodimensionnelles	173
5.3.1. Cas des différentes productions de gravillons 8/20 d'Altwies	187
5.3.2. Cas des sables issus des Grès du Luxembourg	188
5.3.3. Cas du sable de Moselle	189
5.3.4. Compacité propre des kieselguhrs	189
5.3.5. Compacité des ciments	190
5.3.6. Récapitulatif : Paramètres des fonctions compacité propre	190
5.4. Optimum des mélanges et formules théoriques	193
5.4.1. Choix des mélanges granulaires avec le modèle de suspension solide	193
5.4.2. Propriétés théoriques des mortiers et bétons de grès à l'état frais. Quelques simulations réalisées avec Bétonlab.pro	197
5.4.3. Influence de l'incorporation des kieselguhrs	202
5.4.4 - Influence du changement de gravillon	203
5.5. Conclusion	204
6. ETUDE EXPERIMENTALE ET PROPRIETES DES BETONS DE KIESELGUHRS	207
6.1. Méthode	209
6.1.1. Schéma expérimental	209
6.1.2. Fiche expérimentale	210
6.1.3. Les essais mis en œuvre	215
6.2. Conditions expérimentales	217
6.2.1. Préparation et confection des gâchées	217
6.2.2. Mode d'incorporation des kieselguhrs dans les bétons	219
6.2.3. Mesures effectuées sur les mélanges frais	219
6.2.4. Moulage et conservation des éprouvettes	219
6.3. Les bétons de grès : optimisation du squelette et étude des propriétés	220
6.3.1. Optimisation du rapport sable de Moselle – sable de Brouch	220
6.3.2. Optimisation du rapport s/g	222
6.3.3. Influence de la résistance des gravillons sur la résistance limite des bétons de grès	224
6.3.4. Réalisation d'abaques de formulation des bétons de grès	227
6.3.5. Formulation des bétons destinés à l'expérimentation des kieselguhrs	234
6.3.6. Conclusion	235
6.4. Réflexion sur les limites expérimentales	236
6.4.1. Artefacts expérimentaux envisageables	236
6.4.2. Conséquences au niveau de certaines formules de béton	239

6.5. Les bétons de grès et de kieselguhrs	240
6.5.1. Principe des essais et mesures envisagées	240
6.5.2. Résultats des essais réalisés avec le ciment CEM III	241
6.5.3. Etude complémentaire des bétons formulés avec le CEM III	245
6.5.4. Essais réalisés à partir d'un ciment CEM I	249
6.5.5. Etude complémentaire des bétons formulés avec le CEM I	252
6.5.6. Conclusion	255
6.6. Résistance a la compression à moyen et long terme	256
6.6.1. Essais réalisés à 150 jours	257
6.6.2. Essais réalisés à 230 jours	258
6.6.3. Bilan	259
6.7. Conclusion	260
 7. PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES ET INDUSTRIELLES	 263
7.1. Influence du dosage en adjuvant et de la nature des gravillons sur les kieselguhrs	265
7.1.1. Influence du dosage en fluidifiant	265
7.1.2. Incorporation des kieselguhrs dans d'autres bétons	266
7.2. Perspectives scientifiques	267
7.3. Perspectives industrielles	268
 8. Conclusion Générale	 271
 9. BIBLIOGRAPHIE	 276

ANNEXES

1. INTRODUCTION

1.1. SUBSTITUTION DES MATERIAUX EN VOIE D'EPUISEMENT

Les diverses branches du génie civil consomment des quantités très importantes de granulats (400 millions de tonnes en 1991, en France). Cette consommation entraîne divers problèmes qui sont notamment l'épuisement des ressources naturelles, comme les matériaux alluvionnaires, et la nécessité de protéger de l'environnement (nappes phréatiques). En outre, l'approvisionnement de plus en plus lointain pour certains matériaux provoque des problèmes de coût générés par le transport.

En France, face à cette situation, des programmes de recherches ont été menés pour envisager une utilisation optimale et rationnelle des matériaux locaux. Par exemple, le programme Materloc-Calcaire visait la substitution des granulats siliceux « nobles » utilisés dans de nombreux domaines du BTP (travaux routiers, bétons hydrauliques) par les calcaires qui abondent dans de nombreuses régions. Différents travaux associés à ce programme (Materloc 1995) ont montré qu'il est tout à fait possible d'obtenir des bétons courants de qualité en substituant une partie, voire l'intégralité des granulats siliceux par des calcaires « réputés tendres » (Lecomte 1995 ; Zennir, 1996). Au niveau d'une région, outre les ressources naturelles, d'autres matériaux peuvent aussi être utilisés, comme les cendres volantes, les laitiers de hauts-fourneaux ou d'autres résidus industriels (Geisler, 1995).

Au Grand-Duché du Luxembourg, une part des BPE est fabriquée aujourd'hui avec des granulats gréseux ou dolomitiques utilisés en quantités variables.

1.2. RECYCLAGE DES DECHETS INDUSTRIELS DANS LES BETONS

Les bétons hydrauliques constituent un excellent milieu où l'on peut recycler ou stocker des déchets industriels (refiom, cendres volantes...). C'est d'ailleurs indirectement le cas de tous les bétons « de construction » qui utilisent des ciments composés contenant une proportion variable de sous-produits ou de déchets. Ces produits (cendres volantes, scories de haut-fourneau...) possèdent, pour certains, des propriétés pouzzolaniques et sont substitués au clinker et peuvent constituer une part non négligeable du ciment (cf. § 25). Certains bétons, appelés « bétons d'inertage », renfermant des déchets ultimes sont uniquement destinés à être enfouis dans des sites contrôlés. Ils ne correspondent plus réellement à des formules de bétons traditionnels mais plutôt à des mélanges de liants hydrauliques et des déchets.

Un important projet européen (projet Craft-Eurocrete, 1996), résultant du partenariat entre des organismes de recherche institutionnels (BRGM,...) et des sociétés privées (CEBTP), s'est penché sur l'incorporation des diatomites dans des bétons. Il avait pour but de formuler des bétons à hautes performances (BHP) et des bétons à très hautes performances (BTHP) en tentant de substituer les ultrafines siliceuses communément employées (fumées de silice), par des diatomites micronisées. Ce travail de recherche reposait sur l'emploi de diatomites brutes provenant directement de la mine.

Il comprenait une phase d'identification des différentes diatomites complétée par l'étude de leur calcination et de leur micronisation. L'étude a ensuite porté sur l'incorporation des diatomites dans des coulis et des mortiers en vue de l'élaboration des BHP et BTHP.

Les résultats obtenus sont encourageants quant aux gains de performances mécaniques que les diatomites peuvent apporter aux bétons, mais ne donnent pas de résultat économiquement probant pour une utilisation industrielle dans des BHP et BTHP qui ont été réalisés.

1.3. PRESENTATION DES OBJECTIFS DE L'ETUDE

Le présent travail de recherche reprend les deux thématiques présentées brièvement ci-avant.

Son objectif est d'incorporer un déchet industriel, les kieselguhrs¹ usagés de filtration de brasseries, dans un béton courant réalisé avec le grès du Luxembourg. Elle comprend donc deux parties distinctes, bien que finalement liées, qui sont l'étude du couple kieselguhrs - liants hydrauliques, et l'optimisation des formules de béton à base de grès destinées au BTP luxembourgeois.

La nature chimique des frustules de diatomées (opale), à l'état pur, leur confère une grande réactivité dans des milieux fortement basiques tels qu'ils existent dans les mortiers et bétons (cf. chapitre IV). Dans ces mélanges, les kieselguhrs de filtration débarrassés de leur matière organique, peuvent développer une pouzzolanité très favorable en terme de résistance mécanique. La finesse de tels produits est également susceptible d'améliorer la compacité et contribuer une nouvelle fois à accroître la résistance. Leur incorporation dans des bétons courants pourrait alors être très bénéfique et constituerait une solution originale à leur élimination. Elle risque d'être d'autant plus intéressante que le stockage de tels déchets est de plus en plus réglementé et coûteux.

Les granulats retenus pour formuler le béton proviennent des Grès du Luxembourg (un gravillon et deux sables) et des alluvions de la Moselle (un sable). La formation des Grès du Luxembourg est exploitée historiquement pour la pierre de construction (blocs) et plus récemment en techniques routières (granulats). Des bétons d'usage restreint ont déjà été fabriqués avec des gravillons gréseux. L'obtention de «bons» bétons courants avec ce matériau permettrait de le substituer aux granulats alluvionnaires de Moselle en voie d'épuisement, aujourd'hui utilisés au Luxembourg. On cherche donc à obtenir une formule incorporant le gravillon gréseux et deux sables, du sable de Moselle partiellement remplacé par un sable gréseux. Cette solution aurait l'avantage de valoriser une ressource locale plus économique.

L'ensemble de cette étude s'inscrit dans un cadre industriel et doit donc répondre à un certain «cahier des charges». Comme cela a déjà été dit plus haut, il s'agit d'essayer de formuler des bétons courants économiquement rentables et utilisant des procédés techniquement réalisables.

Comme pour de nombreux bétons modernes, les formules de bétons devront permettre d'obtenir des mélanges relativement fluides, faciles de mise en œuvre. Quant aux propriétés mécaniques visées, elles ne sont pas l'obtention de résistances mécaniques aux jeunes âges,

¹ Kieselguhr est le terme germanique qui correspond à diatomite. Cependant les brasseurs emploient souvent ce terme pour désigner le mélange de diatomite et perlite qui constitue les filtres de brasseries. On adoptera cette appellation tout au long de ce mémoire, pour distinguer le mélange (kieselguhr), des diatomites pures.

mais plutôt à moyen et long terme. Il est donc envisagé d'utiliser dans la mesure du possible un ciment qui réagit lentement comme le CEM III/A, couramment utilisé dans certaines formules de bétons luxembourgeois. Concernant les adjuvants, il est prévu d'en incorporer dans les formules, mais on se limitera aux plastifiants et superplastifiants ordinaires.

Ce travail de recherche essaie donc de répondre à la fois à un problème industriel, tout en tentant d'analyser les fondements physico-chimiques de certains phénomènes liés à l'incorporation des kieselguhrs usagés de brasseries.

1.4. PRESENTATION DE LA DEMARCHE ADOPTEE

D'un point de vue pratique, cette recherche a nécessité tout d'abord de connaître les propriétés générales (granulométrie, masse volumique, etc.) des granulats, ciment et autres adjuvants éventuels entrant dans la composition du béton. Cet aspect fait l'objet du chapitre 2.

Les granulats ont bénéficié toutefois d'une étude plus détaillée concernant la forme des grains et la compacité des mélanges, deux propriétés qui conditionnent leur mode d'empilement. Des mesures ont ainsi été effectuées sur les tranches granulométriques élémentaires. Elles fournissent les données de base nécessaires à l'utilisation des modèles de formulation théorique des bétons.

L'analyse de l'ensemble de ces résultats a guidé le choix des matériaux les mieux adaptés à l'élaboration des bétons. Elle a aussi permis d'envisager certaines solutions pour tenter d'améliorer certaines propriétés des matériaux.

Les kieselguhrs ont demandé quant à eux une étude particulière portant sur le produit dans son ensemble puis sur ses différents constituants pris indépendamment.

Il a tout d'abord fallu collecter un certain nombre d'informations générales, d'ordre bibliographique, sur le produit, puis recenser et appliquer certaines méthodes d'analyse capables d'en révéler les propriétés physiques et chimiques. Cette démarche a donc permis la mise au point d'une méthode de caractérisation de chaque kieselguhr usagé avant leur éventuelle incorporation dans des bétons (chapitre 4).

Parallèlement, deux études spécifiques ont été menées sur l'incorporation des kieselguhrs dans des liants hydrauliques. La première s'est intéressée aux éventuelles perturbations causées par la matière organique présente dans les kieselguhrs usagés, qu'il faut éliminer par un traitement adapté (chapitre 3). La deuxième consiste à étudier le comportement chimique et physique des constituants des kieselguhrs placés indépendamment dans des pâtes de ciment et des mortiers. Il s'agissait essentiellement de quantifier et de comparer l'action (réactivité, action sur la maniabilité, etc.) de chaque type de produit en présence de plusieurs catégories de ciments (chapitre 4). Cette recherche était destinée à comprendre le rôle et le devenir des kieselguhrs dans un système plus complexe qu'est le béton.

Le chapitre suivant (chapitre 5) concerne d'établissement et l'optimisation des formules théoriques de bétons. La démarche s'appuie sur le récent modèle de « suspension solide » (de Larrard et al., 1995) et le logiciel « Bétonlab-Pro » dont les fondements sont présentés dans l'ouvrage de F. de Larrard (De Larrard, 1999), deux outils particulièrement adaptés à la recherche des optimums de compacité dont dépendent les principales propriétés des bétons.

Le chapitre 6 est consacré à la réalisation de bétons expérimentaux formulés à partir des résultats théoriques. Là encore, l'étude recouvre deux aspects : le premier est celui de la mise au point d'un béton de grès selon une démarche de type « Baron-Lesage », dont le résultat est traduit sur un abaque destiné à une utilisation industrielle éventuelle des bétons ; le second concerne l'incorporation des kieselguhrs retraités dans certains mélanges sélectionnés. Les mesures réalisées tant sur le béton frais que durcis (à 28 jours et six mois) ont permis d'apprécier les propriétés engendrées par l'ajout de kieselguhrs.

En complément de cette étude (chapitre 7), des kieselguhrs ont été incorporés dans d'autres types de bétons) actuellement commercialisés au Grand-Duché du Luxembourg, à base de granulats siliceux et dolomitiques, pour en mesurer les effets et avoir une vision plus générale de la possible réutilisation des kieselguhrs usagés dans ce domaine.

2. ETUDE DES CONSTITUANTS UTILISES DANS LES BETONS MIXTES LUXEMBOURGEOIS

Le présent chapitre est consacré aux différents constituants de base qui ont été mis à notre disposition, à savoir les granulats, les ciments et les adjuvants.

L'étude des granulats se scinde en deux parties. La première débute par une brève présentation de la géologie et des installations de production des granulats, suivi par une étude systématique de leurs propriétés. La deuxième s'intéresse à l'amélioration des propriétés des gravillons par un concassage sélectif.

Les ciments, puis les adjuvants, sont ensuite présentés avec en préambule des rappels généraux sur ces produits.

Les kieselguhrs constituent des produits nettement à part. Ils seront étudiés au cours des deux chapitres suivants.

2.1. LES GRANULATS DISPONIBLES

2.1.1. Provenance et désignations des matériaux

Les granulats retenus pour l'étude, d'origine pétrographique différente, proviennent (fig. 1) d'une part des carrières luxembourgeoises d'Altwies et de Brouch implantées dans la formation des «Grès du Luxembourg», et d'autre part d'une ballastière située dans les alluvions siliceuses de la Moselle, au niveau de Pont-à-Mousson (France).

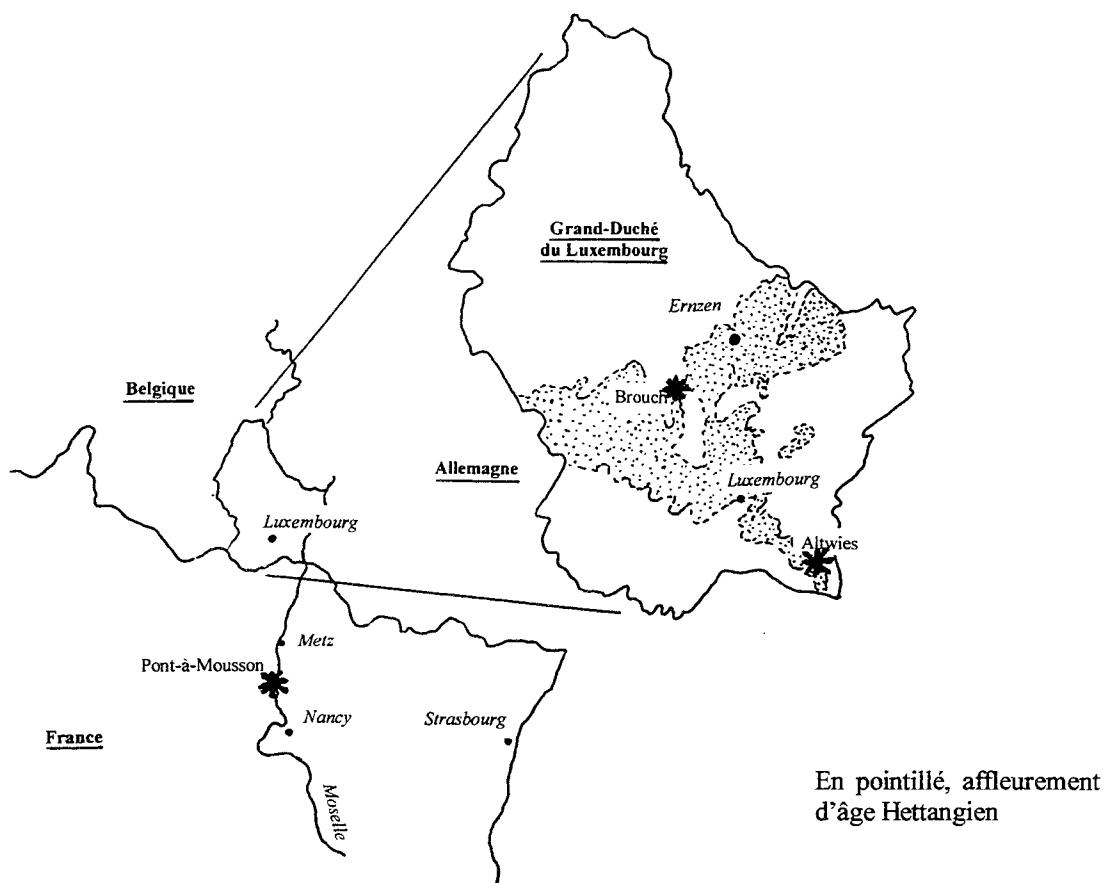


Figure 1 : Situation géographique des lieux d'approvisionnement en granulats.

Les coupures suivantes ont été sélectionnées dans les différentes carrières :

Carrière d'Altwies (formation des Grès du Luxembourg)

- sable primaire 0/2 (**Sa1**)¹ provenant d'interbancs exploités avec le grès, ou produit lors du concassage primaire (cf. § 2.1.2.2),
- sable secondaire 0/4 (**Sa2**) contenant les fines produites lors du concassage secondaire (cf. § 2.1.2.2),
- gravillon d'Altwies 8/20 (**Ga 8/20**) issu du concassage des bancs gréseux de la carrière.

Carrière de Brouch (formation des Grès du Luxembourg)

- sable de Brouch 0/2 (**Sb**) exploité par le biais de un, voire quelques fois de deux concassages de bancs de grès faiblement indurés.

Sable alluvial de Moselle (terrasses alluviales de la Moselle)

- sable de Moselle 0/5 (**Sm**) exploité dans les alluvions de la Moselle au niveau de Pont-à-Mousson. Il est essentiellement formé de grains de quartz roulés provenant de l'érosion du massif vosgien.

2.1.2. Aperçu géologique du gisement de grès et des carrières

2.1.2.1 - La formation des Grès du Luxembourg

La formation des Grès du Luxembourg est une énorme lentille gréseuse d'âge Hettangien supérieur (Maubeuge, 1987), insérée dans la formation des «*Calcaires à gryphées*» (Sinémurien inférieur et Hettangien inférieur). Elle est la continuité latérale de la formation des «*Grès d'Hettange*», et sa genèse lui est synchrone. En allant vers le nord-ouest sa puissance augmente (épaisseur de plus de 100 mètres) et son âge est de plus en plus récent. Elle passe latéralement aux «*Grès de Florenville*» puis aux «*Grès de Virton*» (Sinémurien inférieur).

Ces grès résultent d'une source terrigène (apports drainés par le sillon eifélien entre Ardenne et Eifel-Hunsrück) et d'une source thalassogène (sur la Lorraine). Les sédiments arénacés proviennent de l'Eifel et ont été déposés dans un milieu subtidal, milieu peu profond où les remaniements ont été fréquents.

D'un point de vue lithologique, les grès dominent largement dans cette formation. Ils sont à ciment calcitique dans la partie supérieure de la lentille, et siliceux vers la base. La cimentation calcitique est irrégulière et peut notamment être à l'origine d'une morphologie en boules. Il existe de grandes disparités de granulométrie et de teneur en carbonates (jusqu'à 80% de carbonates). La texture des grès est dépendante des conditions de dépôt (les conditions hydrodynamiques déterminent la granulométrie), et Berners (Berners, 1983) définit six lithotypes caractéristiques qui recouvrent les différents faciès de la formation. Les trois premiers sont des faciès répartis dans toute la formation tandis que les lithotypes 4, 5 et 6 correspondent à des structures sédimentaires localisées. Il distingue :

¹ abréviations retenues par la suite

- 1 Grès jaune, à grain fin à moyen, à faible teneur en carbonate (<15%). Le carbonate est sous forme de ciment sparitique. Les silts et argiles dépassent rarement 10% du résidu insoluble.
- 2 Grès fin dur et compact contenant une forte teneur en carbonate (> 25%). Le ciment est sparitique à microsparitique. Des bioturbations sont présentes dans les faciès les plus fins avec des silts et argiles qui représentent 10 à 20% du résidu insoluble.
- 3 Grès calcaire coquillé à marnes sableuses. La teneur en carbonate dépasse les 80%. Les bioclastes sont fréquents.
- 4 «X-bedding» avec alternance de sable et un mélange d'argiles et de plantes.
- 5 Dépôts de marnes de longueur décimétrique et d'une épaisseur de 3 centimètres, sur une surface de réactivation.
- 6 «Flaser-bedded» avec un grès très fin ou une siltite.

2.1.2.2 - Les carrières d'Altwies et de Brouch

Situation géographique et description pétrographique

La **carrière d'Altwies** est située dans l'extrême sud-est du Grand-Duché du Luxembourg, non loin de Mondorf-les-Bains (fig. 1). Elle est ouverte dans des grès massifs qui correspondent aux premier et deuxième lithotypes de Berners définis pour la formation des Grès du Luxembourg, mais on retrouve aussi dans la carrière toute une série de faciès intermédiaires.

Ces deux lithotypes se reconnaissent facilement à l'affleurement et se retrouvent dans les gravillons concassés Ga 8/20 (fig. n° 2), où ils constituent deux faciès de grès différenciés. Le premier est un grès fin très compact, de couleur beige-clair ; l'autre plus grossier et tendre est jaune à ocre.

La différence majeure qui existe entre ces deux faciès est le degré de cimentation de la roche. Observé au microscope, en lame mince, le faciès beige-clair présente des grains de quartz, cimentés dans de la sparite, contrairement au faciès jaune qui est presque exclusivement constitué de grains de quartz enrobés de limonite et très peu cimentés.



Figure 2 : Vue de détail de Ga 8/20 (les deux faciès sont facilement discernables)

Pour estimer la proportion des deux faciès au sein du gravillon et mener occasionnellement des études comparatives sur chacun d'eux (cf. § 2165 et 2181), un tri manuel a été réalisé au sein de la fraction 8/10 du gravillon Ga 8/20. Il permet d'estimer directement le pourcentage pondéral relatif des deux lithofaciès.

Tableau 1 : Proportions des deux faciès présents dans la coupure granulométrique 8/10 du gravillon d'Altwies

Ga 8/20, coupure 8/10	Proportion (%)
Faciès grenu, jaunâtre	27.5
Faciès fin, beige clair	72.5

La **carrière de Brouch** est située dans l'ouest du Grand Duché du Luxembourg, à proximité de Mersch (fig. 1). Elle est ouverte dans un massif de grès très faiblement indurés et de sable du type du premier lithotype de Berners. Le grès qui y est exploité s'apparente donc au faciès de grès jaune à ocre de la carrière d'Altwies, mais est encore plus friable et tendre.

Modes d'exploitation et de production des granulats

La carrière d'Altwies comporte plusieurs fronts de taille dont certains atteignent une hauteur de 15 à 20 mètres. L'exploitation s'effectue généralement par un dynamitage préalable des bancs, puis un chargement à la pelle mécanique. Le tout venant, comportant des blocs de grès parfois proches du mètre cube, est transporté par des camions de chantier jusqu'aux installations de concassage où il subit, sans scalpage, deux concassages successifs destinés à produire les coupures granulométriques désirées. Le premier concassage ou concassage primaire est effectué par un concasseur à percussion. Il en ressort un sable primaire de couleur orangée (Sa1), et un granulat pouvant comporter des blocs allant jusqu'à 100mm de grosseur. Le concassage secondaire (concasseeur giratoire) reprend les blocs de 100 mm produits par le concassage primaire afin de produire des coupures granulométriques commerciales dont le gravillon 8/20 (Ga 8/20). A ce stade, un sable résiduel de couleur beige-pâle est également produit ; il s'agit du sable secondaire (Sa2).

Un autre mode de concassage (concassages primaire et secondaire avec un matériel à percussion) a été envisagé pour minimiser la présence du faciès jaune. Le rendement économique est certes moins bon, mais les matériaux ont de meilleures propriétés, comme on le verra plus tard (cf. § 22).

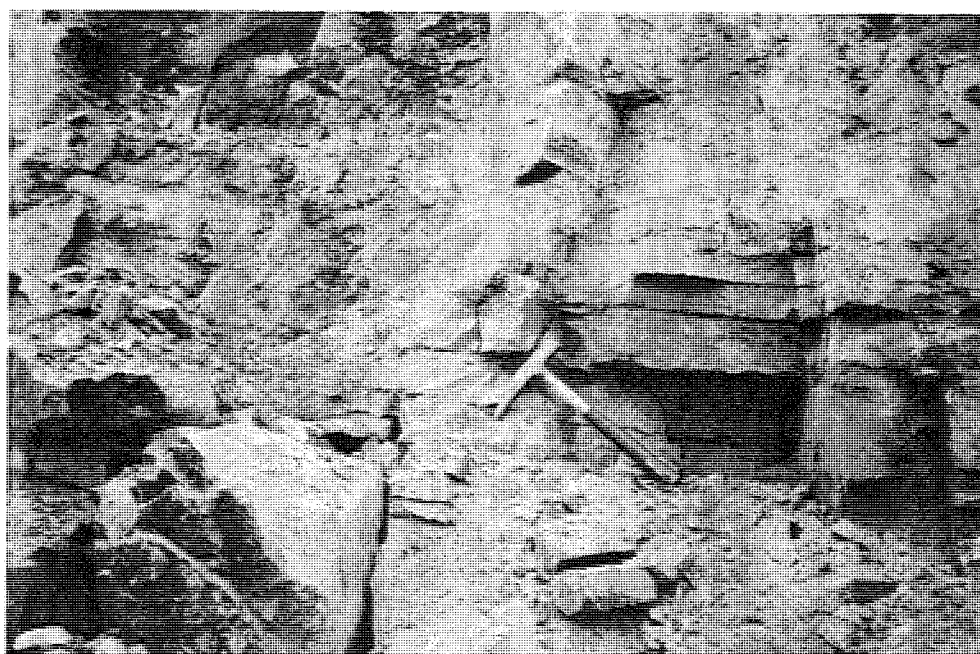
Au cours de cette étude, le gravillon d'Altwies utilisé est donc issu de plusieurs phases de production, dont deux modes de concassages. Ces différentes productions sont repérées par les références suivantes (cf. tab. 2) :

Tableau 2 : Références et dates de prélèvement, mode de concassage des gravillons employés

Référence	Date	Mode de concassage	Quantité
Ga 8/20 n°1	mars 97	Industriel (I : percussion ; II giratoire)	100 kg
Ga 8/20 n°2	avril 98	Sélectif (I : percussion ; II percussion), à visée expérimentale	100 kg
Ga 8/20 n°3	décembre 98	Sélectif (I : percussion ; II percussion), pour les bétons expérimentaux	1 tonne
Ga 8/20 n°4	juin 99	Sélectif (I : percussion ; II percussion), pour les bétons expérimentaux	1.5 tonnes

L'étude présente les résultats selon ces deux modes de concassage ; le concassage industriel (Ga 8/20 n°1) dans ce sous-chapitre 2.1 et le concassage sélectif (Ga 8/20 n°2, 3, 4) dans le sous-chapitre suivant (§ 22).

Le mode d'exploitation de la carrière de Brouch est analogue à celui d'Altwies, mais il est simplifié en raison de la faible induration de la roche. Pour cette raison, il n'y a pas de dynamitage préalable et un seul type de concasseur est en service. En effet, un passage dans le concasseur à percussion suffit généralement à produire du sable. Les coupures trop grossières qui ressortent éventuellement de ce premier concassage subissent un deuxième passage, ce qui est suffisant pour tout réduire sous forme de sable.



Figures 3 et 4 : Vues d'ensemble de la carrières d'Altwies, et détail au niveau du front de taille

2.1.3. Analyse minéralogique

Ce genre d'analyse permet de détecter les minéraux présents dans un échantillon. Dans le cas présent, elle a été essentiellement orientée sur la détection des argiles gonflantes, dont la présence doit être évitée au sein d'un béton.

La technique utilisée est la diffraction des rayons X qui permet de déceler et d'identifier les phases cristallisées. Une anticathode génère des rayons X de longueur d'onde λ connue sur une poudre de l'échantillon à analyser (pour ces analyses, λ est la raie $K\alpha$ du fer à 1.93 Å). Au contact de la poudre, les rayons X diffractent avec les réseaux cristallins suivant des angles 2θ caractéristiques des distances inter-réticulaires « $d(hkl)$ » de chaque phase. Les angles 2θ et leurs amplitudes sont enregistrés et la loi de Bragg permet de retrouver les « $d(hkl)$ » correspondants.

$$\text{Loi de Bragg : } d(hkl) = \lambda / (2 \sin \theta) \quad (2-1)$$

Les phases cristallisées présentes dans l'échantillon sont ensuite mises en évidence grâce aux séries de « $d(hkl)$ » qui les caractérisent, répertoriées pour chaque minéral.

L'identification a été faite sur la fraction fine des différents sables lavés, excepté le sable de Moselle qui ne présente pas de problème particulier d'argilosité. Elle n'a pas été réalisée sur les gravillons qui sont de même nature que le sable secondaire d'Altwies.

Les diffractogrammes correspondant à ces analyses sont donnés ci après (fig. 5). On y observe que les trois sables présentent la même minéralogie, à savoir essentiellement du quartz, quelques feldspaths et de la calcite (non enregistrée sur ces diffractogrammes) auxquels s'ajoutent un peu de goethite ($\alpha \text{ Fe}_2\text{O}_3$), d'illite et de kaolinite (argiles stables). La présence de minéraux gonflants de la famille des Smectite-Montmorillonite (dont l'angle 2θ est compris entre 3° et 10°) n'a pas été détectée dans ces échantillons.

D'autre part, les faibles amplitudes des pics des argiles nous permettent de déduire que ces sables sont relativement propres et ne contiennent quasiment pas de minéraux argileux.

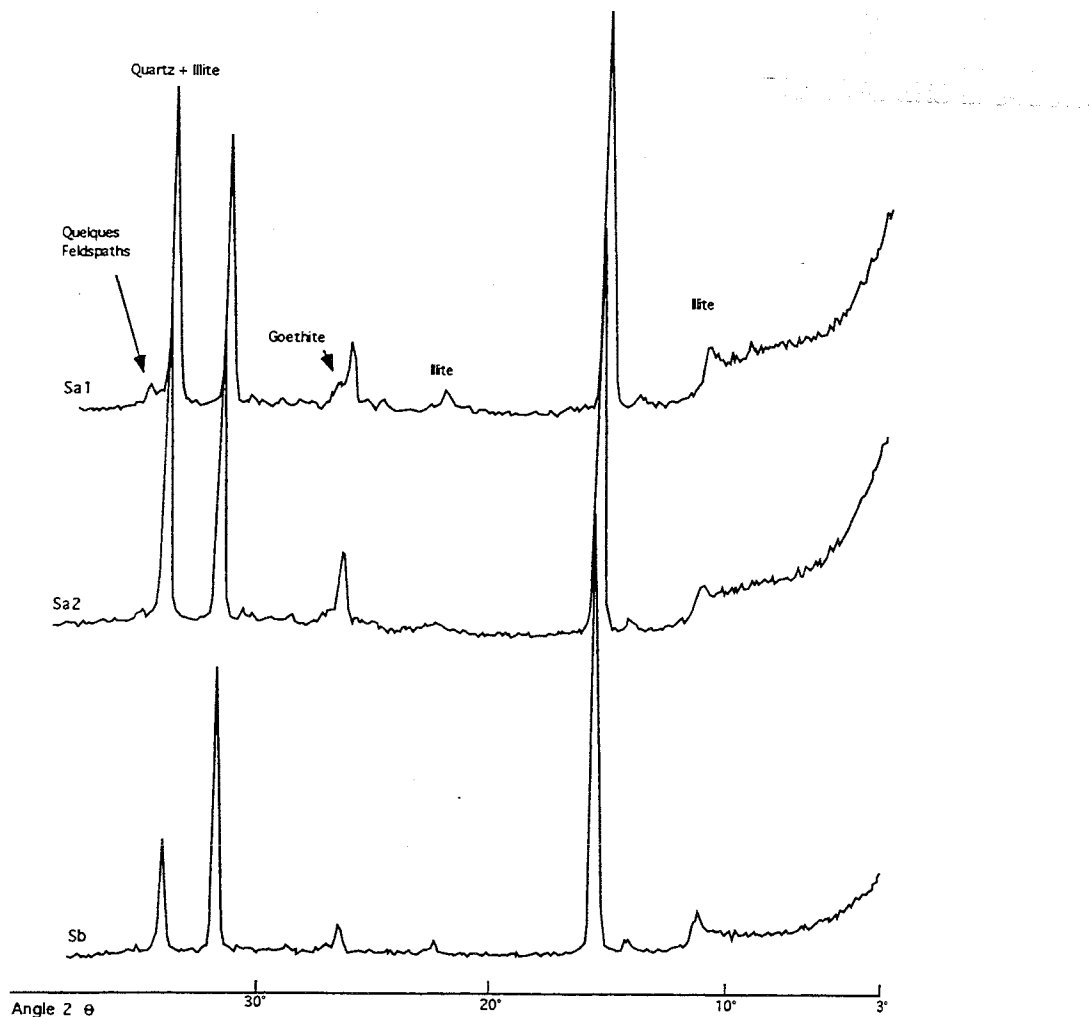


Figure 5 : Diffractogrammes des fractions fines des sables Sb, Sa1 et Sa2.

2.1.4. Propriétés chimiques

2.1.4.1 - Teneur en carbonate de calcium

La formation des Grès du Luxembourg est constituée par plusieurs faciès de grès à matrice calcaire. Le taux en carbonate des différents échantillons a été mesuré par calcimétrie (calcimètre de Bernard). Cette mesure consiste en une attaque du carbonate de calcium par de l'acide chlorhydrique dilué (0.1N). La réaction de dissolution libère du dioxyde de carbone dont on mesure le volume dégagé. Les échantillons ont préalablement été porphyrisés et chaque essai est le résultat de trois mesures pour obtenir une valeur moyenne (tab. 3). La teneur en carbonate des essais se calcule grâce au volume de gaz dégagé par la prise d'essai, que l'on ramène au volume de gaz dégagé par un étalon de carbonate de calcium pur, de même masse.

Tableau 3 : Mesures chimiques effectuées sur les granulats.

Matériaux	Unité	Sb	Sa1	Sa2	Ga 8/20 n°1
Teneur en CaCO_3 (%)	%	12.30	10.51	36.37	45.00
Perte au feu à 500°C (%)	%	0.06	0.43	0.27	0.30
Perte au feu à 1000°C (%)	%	5.60	5.00	17.18	18.82

Les sables primaires d'Altwies et de Brouch ont une teneur en carbonate de calcium de l'ordre de 10%. Ce sont en effet des sables siliceux où les grains sont en grande partie individualisés, c'est-à-dire peu cimentés par une matrice calcitique. Ils proviennent en effet du concassage du faciès de grès jaunâtre faiblement induré par le ciment calcitique (cf. §2122). Le grès a naturellement un taux de carbonate de calcium plus élevé (45 %) du fait de la présence de la matrice calcaire. Le sable secondaire produit lors du concassage du grès beige présente par conséquent une teneur en carbonate de calcium comparable (36 %), puisqu'il correspond à un résidu de concassage.

Les taux de carbonate de calcium de Ga 8/20 et Sa2 confirment la classification du faciès gréseux dominant (faciès beige-clair), dans le deuxième lithotype défini par Berners (cf. § 212).

2.1.4.2 - Perte au feu

Des pertes au feu à 500°C et 1000°C ont été effectuées, avec des paliers de trois heures. La perte au feu s'exprime par la relation suivante :

$$PAF(\%) = 100(Mc/Ms) \quad (2- 2)$$

où : Mc est la masse du produit calciné,
Ms est la masse du produit sec.

A 500°C, les pertes sont infimes et traduisent une très faible teneur en matière organique éventuelle et en argiles. A 1000°C, les pertes au feu sont nettement plus conséquentes. Elles sont proportionnelles à la teneur en carbonate de calcium des échantillons car elles correspondent à la décarbonatation de la calcite. Les résultats sont présentés dans le tableau précédent (tab. 3). On remarque une fois de plus que le sable primaire d'Altwies et le sable de Brouch ont des propriétés voisines.

Il est possible de calculer la perte au feu théorique minimale d'un échantillon, à partir de sa teneur en carbonate de calcium. En effet, ce dernier se dissocie au-delà de 550°C suivant la relation :



C'est-à-dire que pour une mole de $CaCO_3$ initialement présente dans l'échantillon, la perte de masse est équivalente à la masse d'une mole de CO_2 . Connaissant les masses molaires des différents produits et réactif ($CaCO_3$: 100,1 g/mole ; CO_2 : 44 g/mole), il est possible d'énoncer directement cette perte au feu sous la forme d'un pourcentage. Pour 1 gramme, une mole, ou un pour-cent de carbonate de calcium initialement présent dans l'échantillon, il y a donc une perte de matière de 0,4 gramme, mole ou pour-cent.

C'est bien l'ordre de grandeur des départs constatés sur les échantillons traités...

2.1.5. Granulométries

Suivant la taille des grains, deux méthodes ont été employées. Pour la fraction supérieure à 80 μm , la granularité a été déterminée par tamisage par voie humide. La fraction fine inférieure à 80 μm a fait l'objet d'une étude granulométrique par sédimentométrie.

2.1.5.1 – Granulométrie de la fraction supérieure à 80 μm [norme P 18-560]

La masse d'échantillon initiale a été mesurée sur le matériau sec, après séchage à l'étuve à 105°C. Le tamisage a été effectué sur des tamis à mailles carrées, par voie humide dans un premier temps. Toutes les eaux de lavage ont été gardées afin de récupérer l'intégralité des fines, après décantation et séchage. Les refus de chaque tamis ont été séchés puis retamisés à sec pour affiner la mesure. Après pesée des refus de chaque tamis, les courbes granulométriques des passants cumulés ont pu être tracées.

Le tableau 4 donne, à titre d'exemple, les résultats du tamisage du sable primaire d'Altwies, et la figure 6 présente les courbes granulométriques des matériaux.

Tableau 4 : Exemple de données numériques du tamisage du sable primaire d'Altwies.

Maille du tamis (mm)	Masse du refus (g)	Passant (g)	Pourcentage de passant
Fines (taille < 0,08 mm)	566	0	0.00
0.080	373	566	8.63
0.100	1857	939	14.32
0.160	1332	2796	42.64
0.200	1006	4128	62.96
0.315	177	5134	78.30
0.400	113	5311	81.00
0.500	197	5424	82.72
0.630	293	5621	85.73
1	176	5914	90.19
1.6	77	6090	92.88
2	173	6167	94.05
3.15	108	6340	96.69
4	64	6448	98.34
5	45	6512	99.31
6	0	6557	100.00
TOTAL	6557.00		

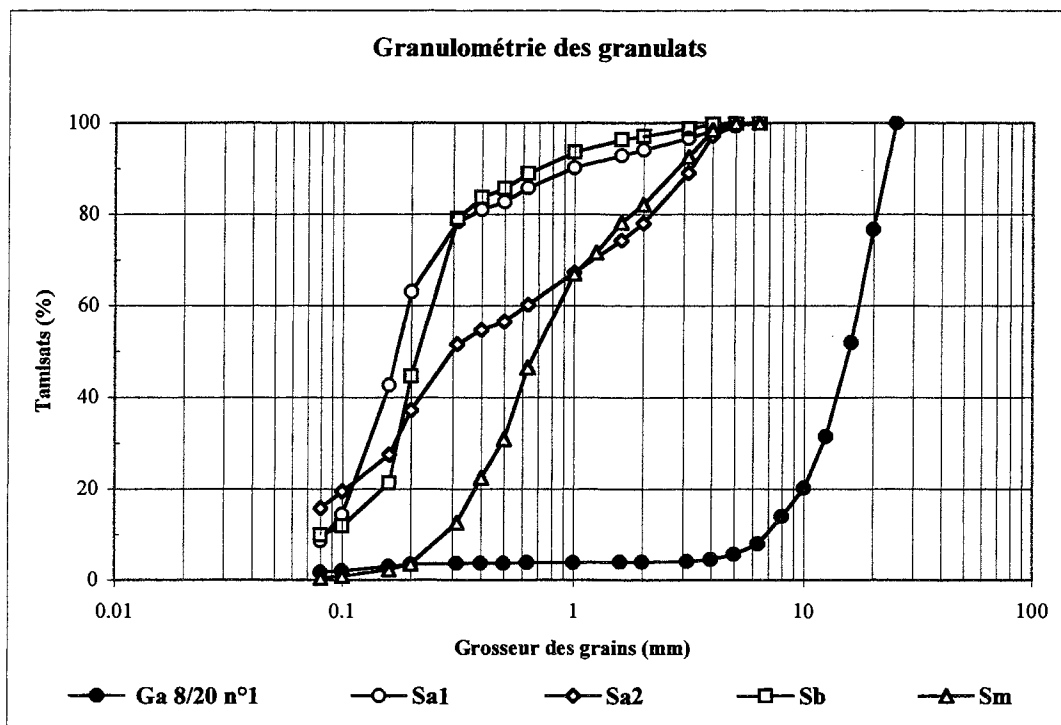


Figure 6 : Courbes granulométriques des différents granulates étudiés.

2.1.5.2 - Granularité de la fraction fine inférieure à 80µm [norme P 94-057]

Principe

Cette étude a été réalisée pour les échantillons de sable issus des Grès du Luxembourg (Altwies et Brouch) car ils comportent une quantité de fines assez importante, proche de 10 à 15% (fig. 6).

Le principe de cette mesure, rappelé ci-après, repose sur le fait que dans un liquide au repos, la vitesse de décantation des particules fines (inférieures à 100µm) est fonction de leur diamètre. Dans un premier temps l'accélération de la pesanteur (g) détermine la vitesse de sédimentation de la particule. Ensuite, la viscosité du liquide dans lequel la particule sédimente, finit par stabiliser cette vitesse de décantation en raison de la résistance qu'elle lui oppose (égale au poids de la particule).

La loi de Stokes exprime la vitesse de sédimentation par la relation :

$$v = g \frac{(\gamma_s - \gamma_w)}{18\eta} D^2 \quad (2-4)$$

où : v est la vitesse de chute de la particule en cm/s,

D est le diamètre de la particule en cm, qui est généralement un diamètre équivalent car les fines particules ne sont pas sous forme de sphères, mais de fines lamelles (argiles) ou autres formes diverses,

g est l'accélération de la pesanteur,

η est la viscosité du liquide, en poises,

γ_s est la densité du solide,

γ_w est la densité du liquide.

L'essai débute à un temps « t_0 » en homogénéisant soigneusement, dans une éprouvette de 2 litres, le liquide et les particules en suspension dont on veut mesurer la granularité. Les mesures se font en déterminant à des temps donnés la densité de la suspension (liquide - particules) à une certaine profondeur « H_r » grâce à un densimètre. Il existe en effet dans la suspension en cours de décantation un gradient de densité, et la densité lue sur le densimètre correspond à celle qui existe au niveau de son centre de gravité (centre de poussée du densimètre). « H_r » correspond donc à la profondeur du centre de poussée du densimètre.

Les mesures de densité donnent les valeurs « R » successives lues sur le densimètre à des temps « t » définis. La densité « R_1 » tient compte des corrections dues, à la température de la suspension au cours de l'essai « C_t », à l'erreur de lecture causée par le ménisque « C_m », et éventuellement une correction tenant compte du changement de densité du liquide causé par l'adjonction d'un défloculent « C_d ».

$$R_1 = R + C_t + C_m + C_d \quad (2- 5)$$

La densité « R_1 » étant connue à un temps donné « t », on peut déterminer la profondeur « H_r » à laquelle elle a été mesurée, par mesure directe sur le densimètre de la distance séparant « R_1 » du centre de poussée.

Grâce à la loi de Stokes, la mesure précédente permet de déterminer la taille « D » des particules équivalentes présentes à la profondeur « H_r » au moment « t ».

$$D = F \sqrt{\left(\frac{H_r}{t}\right)} \quad (2- 6)$$

$$\text{avec, } F = \sqrt{\frac{30\eta}{g(\gamma_s - 1)}} \quad (2- 7)$$

où: t est le temps écoulé depuis le début de l'essai (t_0),
 H_r est profondeur effective du centre de poussée du densimètre au temps « t ».

Connaissant « R_1 », on peut calculer « P », le pourcentage (en poids de l'échantillon sec) de particules de diamètre inférieur à D

$$P = \frac{V}{W} \frac{\gamma_s}{\gamma_s - \gamma_w} \frac{R_1}{10} \quad (2- 8)$$

où : V est le volume de la suspension en cm^3 , soit 2000 cm^3 ,
 W est le poids d'échantillon sec, soit 80g (généralement).

Les calculs de « D » et « P » ont été faits pour chaque point de mesure (tab. II), puis les courbes granulométriques des fines des sables primaires de Brouch et Altwies, et du sable secondaire d'Altwies ont été tracées (fig. 7, 8, 9).

Mode opératoire

Les essais de sédimentométrie ont été faits sur les fines à l'état naturel, en mélangeant 80g de fines dans 500 cm³ d'eau distillée. La dispersion des particules a consisté en une simple agitation manuelle qui a duré de l'ordre de 2 à 3 minutes, sans agitation mécanique comme le préconise la norme, en raison de la faible présence d'argiles dans les fines (cf. 213).

Cependant, dans de nombreux cas, les charges électrostatiques des particules font qu'en présence d'eau, elles s'attirent et s'agglomèrent : on parle alors de floculation (donnant lieu à des particules floculées). Certains produits aux propriétés tensio-actives permettent de remédier à ce phénomène en dispersant les particules dans l'eau. Un deuxième essai est donc réalisé sur des fines à l'état défloculé. Il consiste à mettre en suspension 80g de fines dans environ 500cm³ d'eau distillée avec 60cm³ d'une solution tensio-active (5% d'héxamétaphosphate de sodium). Une agitation manuelle vigoureuse est effectuée pendant 5 minutes.

Dans les deux cas, la préparation est mise à reposer au moins 12 heures avant le début des mesures de densité. Les volumes de solution sont alors complétés à deux litres et homogénéisés.

Tableau 5 : Essai de sédimentométrie des fines de Sa2, avec un défloculent.

Temps (min.)	R	Temp. °C	Ct	Rl	Hl (cm)	Hr (cm)	F	D (mm)	P (%)	% éch. total
0.5	25	17.7	-0.4	24.3	8.45	16.73	0.01387	0.0802	97.03	15.26
1	23.8	17.7	-0.4	23.1	8.8	17.08	0.01387	0.0573	92.23	14.51
2	22.7	17.7	-0.4	22	9.1	17.38	0.01387	0.0409	87.84	13.82
5	21	17.7	-0.4	20.3	9.6	17.19	0.01387	0.0257	81.05	12.75
10	18.8	17.7	-0.4	18.1	10.25	17.84	0.01387	0.0185	72.27	11.37
20	16	17.8	-0.45	15.25	11.1	18.69	0.01387	0.0134	60.89	9.58
40	13.1	17.9	-0.45	12.35	11.65	19.24	0.01387	0.0096	49.31	7.76
80	10.4	18.1	-0.47	9.63	12.65	20.24	0.01387	0.0070	38.45	6.05
240	6.6	19.2	-0.6	5.7	13.85	21.44	0.01380	0.0041	22.76	3.58
1440	3.2	19.7	-0.8	2.1	15	22.59	0.01354	0.0017	8.38	1.32

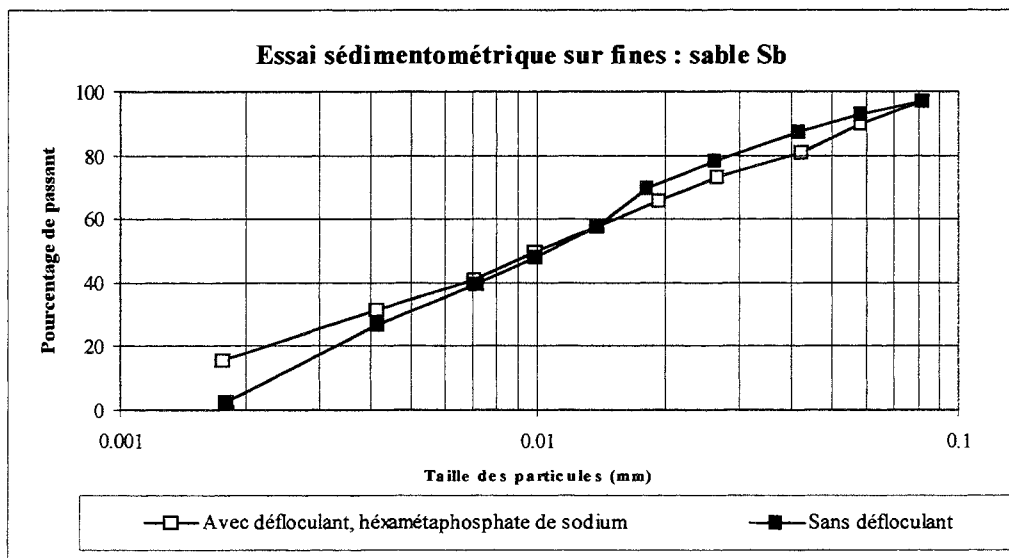


Figure 7 : Granularité des fines du sable 0/2 primaire de Brouch (Sb).

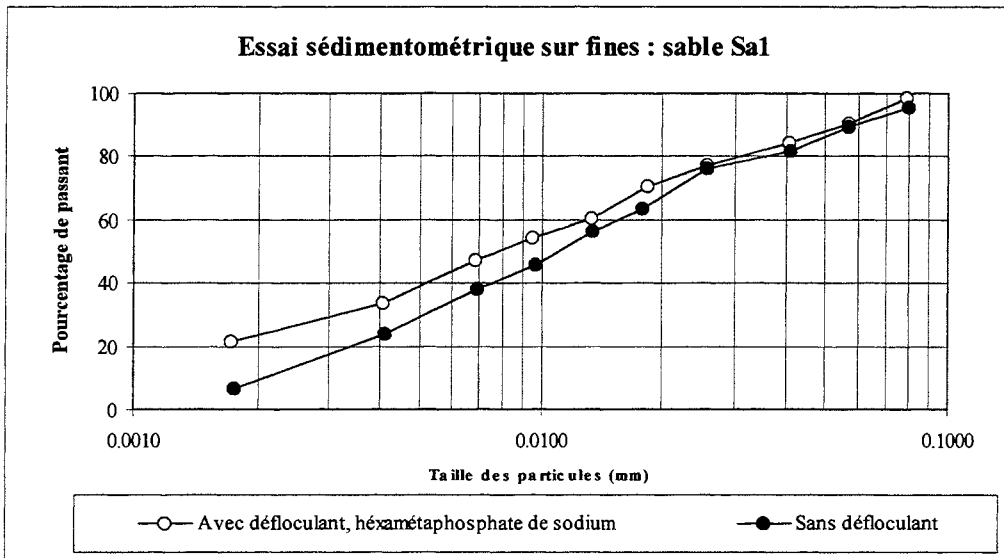


Figure 8 : Granularité des fines du sable 0/2 primaire d'Altwies (Sa1).

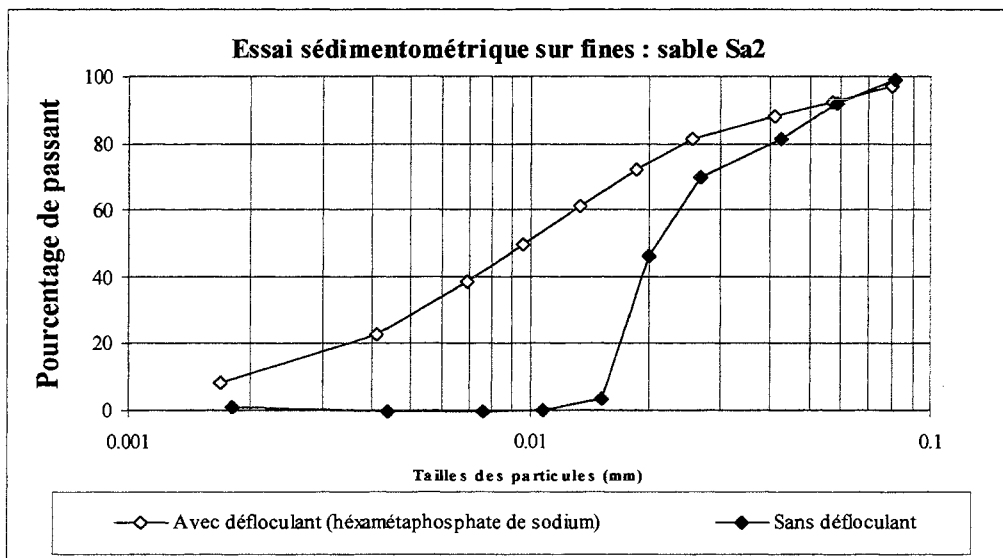


Figure 9 : Granularité des fines du sable 0/4 secondaire d'Altwies (Sa2).

2.1.5.3 - Analyse des résultats des mesures de granularité

Les différentes courbes granulométriques précédentes nous informent que :

- les sables primaires de Brouch (Sb) et d'Altwies (Sa1) sont très comparables (fig. 7 et 8). Ils ont une fraction fine importante qui se traduit par un « d_{50} » aux alentours de 150 μ m (fig. 7). Ils sont également riches en particules fines inférieures à 80 μ m (aux environs de 15%). A pH neutre, l'emploi d'un défloculant sur ses particules n'a quasiment aucune action car les particules ne flocculent pas (cf. §2422).

- le sable secondaire d'Altwies (Sa2) a une granularité différente des deux sables précédents, liée de toute évidence à son origine (résidu de concassage). Il contient jusqu'à 17% de fines (fig. 9) et il a tendance à être riche en éléments fins et grossiers, avec une

certaine carence en éléments de classes intermédiaires. Contrairement aux deux sables précédents, l'emploi d'un défloculent se fait fortement ressentir sur les fines (fig. 9), car il permet une individualisation des particules inférieures à 20µm qui forment des amas en son absence.

- la granularité du sable de Moselle (Sm) est bien différente de celle des sables d'Altwies et Brouch (fig. 6). Il ne comporte quasiment pas de fines et les classes granulométriques de petites tailles (inférieures à 400µm) sont loin d'atteindre les proportions présentes dans les trois autres sables. Le «d₅₀» du sable de Moselle se situe à 0.8 mm environ.

- le grès concassé d'Altwies (Ga 8/20) contient 15% d'éléments de taille inférieure à 8mm et quasiment pas d'éléments de taille supérieure à 20 mm. La propreté superficielle du gravillon est de 3.7%, ce qui est compatible avec la norme qui impose une valeur inférieure à 4% pour un granulats concassé.

Ses similitudes ou différences se traduisent indirectement par le module de finesse, valeur numérique caractéristique de la granularité, comme le montre le tableau 6.

Tableau 6 : Modules de finesse des granulats.

Matériaux	Sb	Sa1	Sa2	Sm	Ga 8/20 n°1
Module de finesse	1.18	1.08	2.07	2.80	6.80

2.1.6. Propriétés physiques

2.1.6.1 - Teneur en eau

La teneur en eau est donnée par la relation suivante :

$$w = 100 \frac{(M - M_s)}{M_s} \quad (2-9)$$

où : M_s est la masse sèche,
M est la masse humide.

A titre indicatif, le tableau (tab. 7) suivant regroupe les teneurs en eau moyenne des granulats lors des différents prélèvements en carrière. Afin de conserver au mieux cette humidité, ils ont été systématiquement mis en sacs étanches fermés dès la livraison au laboratoire de bétons.

Tableau 7 : Teneurs en eau des granulats au moment de leur prélèvement et livraison.

	Sb	Sa1	Sa2	Sm	Ga 8/20
Avril 1997	3.3%	5%	3.8%	-	8.0% ⁽¹⁾
Décembre 1998	5.9%	-	-	6%	3.5% ⁽²⁾
Juin 1999	-	-	-	1%	1.2% ⁽³⁾

Identifications respectives des gravillons : ⁽¹⁾ Ga 8/20 n°1 ; ⁽²⁾ Ga 8/20 n°3 ; ⁽³⁾ Ga 8/20 n°4

Au cours de la confection des gâchées (chapitre 6), les teneurs en eau ont automatiquement été mesurées avant chaque série de gâchées expérimentales, afin de prévenir d'éventuelles variations d'humidité d'un sac à un autre.

2.1.6.2 - Masses volumiques

définitions [P18- 558, P18- 554 et P18-555]

Plusieurs types de masses volumiques ont été mesurées sur nos matériaux : la masse volumique absolue (ρ_a); les masses volumiques réelles sèche (ρ_r), imbibée (ρ_{ri}), saturée (ρ_{rs}); et la masse volumique en vrac (ρ_v).

- La masse volumique absolue est celle du matériau solide sensu-stricto, en excluant toute forme de porosité, interne (intérieur du grain) ou intergranulaire (entre les grains).

- La masse volumique réelle est celle d'un matériau en tenant compte de sa porosité interne. Ramenée à un grain, elle correspond au rapport de sa masse sèche à son volume réel (y compris les pores présents dans les grains).

- La masse volumique réelle imbibée est du même type que la précédente mais intègre également la masse d'eau qui peut s'infiltrer naturellement dans la porosité ouverte des grains (après 24 heures d'imbibition à la pression atmosphérique).

- La masse volumique réelle saturée fait intervenir l'eau qui entre artificiellement dans les grains immergés après désorption sous un vide d'air de l'ordre de 2.5 kPa pendant 2 heures.

- La masse volumique en vrac est celle d'un matériau pris dans son ensemble, en incluant la porosité interne des grains mais aussi les vides présents entre les grains (porosité intergranulaire). C'est le rapport de la masse de l'échantillon sur le volume du conteneur dans lequel il est placé. La mise en place de l'échantillon peut s'effectuer soit par écoulement au cône suivi ou non d'une vibration, voire d'un compactage. Le résultat dépend du mode de remplissage.

Mesures

- La masse volumique absolue se mesure suivant la norme P18-558, avec des échantillons préalablement porphyrisés au broyeur à anneaux (gravillons Ga 8/20), ou avec un mortier et un pilon (sables). Les mesures sont reproduites trois fois afin d'obtenir une valeur moyenne représentative. Par définition la densité absolue est donnée par la relation suivante :

$$\rho_a = \rho_{eau} \frac{M}{M + M_2 - M_1} \quad (2- 10)$$

où : M est la masse sèche de l'échantillon,

M1 est la masse du pycnomètre rempli d'eau et contenant l'échantillon,

M2 est la masse du pycnomètre rempli d'eau.

Il est indispensable de mesurer la masse de l'échantillon dans l'eau (M1) avec la meilleure précision possible. Ce dernier est donc mouillé avec une agitation mécanique constante (agitateur magnétique) pendant une heure. Un vide créé avec une pompe à vide durant une heure permet ensuite d'ôter les bulles d'air présentes dans l'échantillon. La température du pycnomètre et de son contenu doivent être maintenus à 20°C au moment des mesures.

Les résultats obtenus pour les différents échantillons figurent dans le tableau suivant (tab. 8).

Tableau 8 : Masse volumique absolue des différents matériaux (t/m³).

Matériaux	Sb	Sa1	Sa2	Sm	Ga 8/20 n°1
Masse volumique absolue	2.688	2.692	2.71	2.65	2.68

- Les masses volumiques réelles imbibée et saturée ont été déterminées suivant les normes P18-554 (gravillons) et P18-555 (sables).

Ces propriétés physiques sont données par les relations suivantes;

Masse volumique réelle

$$\rho_r = M_s / (M_a - M'_a) \quad (2-11)$$

Masse volumique réelle imbibée

$$\rho_{ri} = M_a / (M_a - M'_a) \quad (2-12)$$

Masse volumique réelle saturée

$$\rho_{rs} = M_w / (M_w - M'_w) \quad (2-13)$$

où : M_s est la masse de l'échantillon sec,

M_a est la masse dans l'air de l'échantillon imbibé, écoulement libre - surface sèche,

M'_a est la masse dans l'eau de l'échantillon imbibé,

M_w est la masse dans l'air de l'échantillon saturé, écoulement libre - surface sèche,

M'_w est la masse dans l'eau de l'échantillon saturé.

L'état d'écoulement libre - surface sèche des sables est mesuré sur des échantillons préalablement imbibés ou saturés. Ils sont alors mis à sécher au moyen d'un flux d'air chaud (sans perte de grains), d'une façon uniforme et sur une surface non absorbante. Lorsque le sable est en partie sec, il est régulièrement placé dans un moule métallique en forme de cône tronqué, en le compactant légèrement à sa surface avec la dame (25 fois). Le moule est retiré verticalement. Si l'échantillon s'affaisse au moment du démoulage, cela signifie qu'il n'existe plus de cohésion entre les grains. L'état d'écoulement libre - surface sèche est alors obtenu, ce qui n'exclue nullement le fait que de l'eau soit encore présente dans les pores de surface, ou à l'intérieur du grain. C'est à ce moment que doivent être déterminées les masses dans l'air puis dans l'eau de l'échantillon imbibé ou saturé.

Les valeurs des différentes pesées et les résultats des masses volumiques figurent dans le tableau 9.

Tableau 9 : Différentes masses volumiques des matériaux.

Matériaux	Sb	Sa 1	Sa 2	Sm	Ga 8/20n°1
M_s (g)	750	750	750	750	5703
M_a (g)	754.5	754	751.5	755	5860
Mesures M'_a (g)	469	468	468	466	3475.7
M_w (g)	---	---	---	---	5885
M'_w (g)	---	---	---	---	3516.5
ρ_r (t/m ³)	2.627	2.622	2.646	2.595	2.392
Résultats ρ_{ri} (t/m ³)	2.642	2.636	2.650	2.612	2.458
ρ_{rs} (t/m ³)	---	---	---	---	2.484

- Il a été choisi de mesurer la masse volumique en vrac (cf. chapitre 5) des différents granulats à l'aide d'un montage permettant de compacter sous contrainte et vibrations un granulat dans une éprouvette graduée ($d < 4$ mm) ou dans un cylindre métallique ($d > 4$ mm). Il est ainsi possible de mesurer le volume en vrac (V) occupé par une certaine masse de granulat sec (M) et d'estimer ainsi la densité en vrac par la relation :

$$\rho_v = M/V \quad (2-14)$$

Pour une question de représentativité, la mesure du volume en vrac a systématiquement été effectuée deux à trois fois en modifiant le mode de remplissage. Après homogénéisation manuelle, l'éprouvette ou le cylindre a tout d'abord été rempli en une seule fois, puis par couches successives systématiquement vibrées et compactées. Seul le volume en vrac le plus faible a été considéré. Malgré ces précautions, le sable secondaire d'Altwies (Sa 2) et le gravillon (Ga 8/20) ont présenté une certaine ségrégation provenant de la structure du chapelet granulaire. Des mesures similaires, plus détaillées ont été faites sur les classes monodimensionnelles des différents granulats pour déterminer leurs compacités propres (chapitre 5).

Les valeurs obtenues pour les différents granulats sont rassemblées dans le tableau suivant (tab. 10).

Tableau 10 : Masses volumiques en vrac des matériaux.

Matériaux	Sb	Sa1	Sa2	Sm	Ga 8/20 n°1
Masse volumique en vrac	1.659	1.626	1.844	1.795	1.566

2.1.6.3 - Coefficient d'absorption d'eau, porosité ouverte mesurée [normes P18-554 et P18-555]

Ces essais ont été réalisés suivant les normes P18-554 et P18-555, à partir des données obtenues au paragraphe précédent. Les valeurs recherchées, qui expriment le rapport de la masse d'eau imbibée à la masse sèche pour la première, et le rapport du volume des vides accessibles à l'eau au volume réel de l'échantillon pour la seconde, sont données par les relations suivantes :

Absorption d'eau

$$A_b = 100 \frac{(M_a - M_s)}{M_s} \quad (2-15)$$

Porosité

$$n = 100 \frac{(M_w - M_s)}{(M_w - M'_w)} \quad (2-16)$$

Les valeurs d'absorption d'eau et de porosité sont les suivantes (tableau 11):

Tableau 11 : Absorption et porosité des matériaux.

Matériaux	Sb	Sa1	Sa2	Sm	Ga 8/20 n°1
Absorption d'eau (%)	0.60	0.53	0.20	0.67	2.75
Porosité (%)	1.58	1.40	0.53	1.73	7.69

2.1.6.4 - Compacités intragranulaire et intergranulaire

Sachant que la masse volumique absolue ρ_a concerne uniquement la matière solide et que la masse volumique réelle ρ_r tient compte de la porosité interne des grains, il en résulte que leur rapport permet d'estimer la porosité **ni intragranulaire** (interne aux grains) selon la relation :

$$ni = 100(1 - (\rho_r/\rho_a)) \quad (2- 17)$$

Un raisonnement similaire permet d'estimer la porosité **intergranulaire** (comprise entre les grains) et son corollaire, la compacité c du granulat, en utilisant la masse volumique réelle ρ_r et la masse volumique en vrac ρ_v . La relation est la suivante :

$$c = 100(\rho_v/\rho_r) \quad (2- 18)$$

Une étude détaillée des compacités est menée au chapitre 5. Elle est effectuée sur chacune de leurs tranches granulométriques. Plus précise que la méthode présentée dans ce paragraphe, elle est basée sur des mesures de masse volumique en vrac et des calculs qui tiennent compte et éliminent certains d'artefacts comme les effets de paroi

Les valeurs tirées de la relation précédente figurent dans le tableau suivant (tab. 12).

Tableau 12 : Porosité intragranulaire, et compacité des matériaux

Matériaux	Sb	Sa1	Sa2	Sm	Ga 8/20 n°1
Porosité intragranulaire (%)	2.26	2.59	0.94	2.07	10.76
Compacité du granulat (%)	63.1	62.0	69.7	69.2	65.5

2.1.6.5 – Propriétés physiques comparées des faciès jaunes et beige clair

On a vu plus haut (cf. § 212) que les grès exploités dans la carrière d'Altwies se répartissent entre deux faciès distincts. On a donc cherché à caractériser les propriétés physiques des grains des faciès jaunes et beiges, séparés par un tri manuel à partir de la tranche granulométrique 8/10 du gravillon Ga 8/20 n°1. Les propriétés étudiées sont les masses volumiques, réelles (ρ_r), réelles imbibées (ρ_{ri}), en vrac (ρ_v), l'absorption (Ab), la porosité (n) et la compacité (C).

Les mesures sont réalisées comme précédemment et les résultats figurent dans le tableau suivant (tab. 13). La masse volumique réelle nous intéresse particulièrement car elle va surtout nous servir à déterminer la compacité des deux types de gravillon.

Tableau 13 : Masses volumiques réelle (ρ_r) et réelle imbibée (ρ_{ri}), absorption (Ab) et porosité (n) des deux faciès du gravillon 8/20 d'Altwies, Ga 8/20 n°1

Ga 8/20, coupure 8/10	ρ_r	ρ_{ri}	Ab	ni	ρ_v	C
	t/m ³	%	%	%	%	-
Gravillon Ga 8/20	2.392	2.458	2.75	7.69	1.315	0.550
Faciès jaune	2.202	2.319	5.314	15.96	1.227	0.608
Faciès beige clair	2.490	2.52	1.576	4.76	1.326	0.532

En raison de leurs textures respectives, les deux faciès sont marqués par des propriétés physiques nettement différenciées. Le grès jaune présente une porosité intragranulaire(16%) et une absorption (5.3%) fortes contrairement au grès beige qui a des grains beaucoup plus compacts et massifs.

Le faciès jaune a une compacité supérieure à celle du faciès beige ($C=0.608$ contre 0.532), ce qui traduit, dans un même ensemble de grains, des différences de forme au niveau des deux faciès (cf. § 2181).

2.1.6.6 - Bilan des mesures des propriétés physiques. Commentaires

L'ensemble des propriétés physiques mesurées sur les différents granulats est repris dans le tableau ci dessous (tab. 14), à l'exception des teneurs en eau, variables dans le temps (et mesurées avant chaque essai), et les valeurs spécifiques aux différences de faciès.

Tableau 14 : Bilan des mesures des propriétés physiques.

	Symbole	Unité	Sb	Sa1	Sa2	Sm	Ga 8/20 n°1
Propriétés mesurées							
Masse volumique absolue	ρ_a	t/m ³	2.688	2.692	2.671	2.650	2.680
Masse volumique réelle	ρ_r	t/m ³	2.627	2.622	2.646	2.595	2.392
Masse volumique réelle imbibée	ρ_{ri}	t/m ³	2.642	2.636	2.650	2.612	2.458
Masse volumique réelle saturée	ρ_{rs}	t/m ³	2.642	2.636	2.650	2.612	2.484
Masse volumique en vrac	ρ_v	t/m ³	1.659	1.626	1.844	1.795	1.566
Absorption d'eau	Ab	%	0.60	0.53	0.20	0.67	2.75
Porosité	n	%	1.58	1.40	0.53	1.73	7.69
Propriétés calculées							
Porosité intragranulaire	n_i	%	2.26	2.59	0.94	2.07	10.76
Compacité du granulat	c	%	63.14	62.00	69.71	69.19	65.47

En considérant l'ensemble des propriétés physiques, on découvre tout d'abord, comme pour les courbes granulométriques, que les sables primaires d'Altwies et de Brouch ont des comportements voisins. Cet état de fait est à rapprocher de leur mode de production (concassage primaire) et de la roche dont ils sont issus, tous deux identiques.

On constate d'autre part la bonne cohérence des valeurs de masses volumiques, ce qui conforte la validité de nos mesures et de nos calculs théoriques. En effet :

- les granulats provenant des Grès du Luxembourg ont des valeurs de masse volumique absolue (de l'ordre de 2,68t/m³) supérieures à celle du sable de Moselle (2,65t/m³). L'explication de ce phénomène est géologique. Le sable de Moselle est composé presque exclusivement de silice ($\rho_a=2,65$ t/m³), tandis que les grès contiennent aussi de la calcite ($\rho_a=2,715$ t/m³) et des oxydes de fer ($\rho_a=4,5$ t/m³) responsables de la couleur orangée à ocre. Un simple calcul montre par exemple que l'on retrouve bien la masse volumique du gravillon (Ga 8/20) en partant de sa composition qui est de 45% de carbonate de calcium (§ suivant) et de 55% de silice et des traces d'oxydes :

$$2.68 \approx 0.45 * 2.715 + 0.55 * 2.65$$

- L'imbibition ne fait que peu augmenter la masse volumique réelle des sables, et la saturation n'a aucun effet en raison d'une porosité interne négligeable lié à la structure des grains individualisés de quartz. Par contre, le gravillon est nettement plus sensible à ces traitements puisque la masse volumique réelle augmente de 2.75% avec l'imbibition (Ab) et de 3.85% après saturation.

- Les porosités mesurées suivent la même évolution (1.5% environ pour les sables, 8% environ pour les gravillons). Toutefois le calcul de la porosité intragranulaire totale, réalisé d'après les valeurs de masses volumiques réelle et absolue, montre que le gravillon présente une porosité fermée non négligeable (d'environ 3%).

Il faut cependant faire attention à la signification de ces différentes valeurs moyennes, par définition. Elles masquent en effet de grandes hétérogénéités en partie causées par la coexistence, au sein du même granulat, de deux faciès aux propriétés fort différentes et de l'existence de deux familles de grains (quartz individualisés et fragments de grès, §53).

Les propriétés du granulat, pris dans son ensemble, ne sont que la résultante des propriétés plus ou moins marquées suivant les cas d'un granulat peu poreux et résistant, plus dense et moins compact d'un deuxième granulat jaune et au contraire poreux et tendre

2.1.7. Propriétés mécaniques

2.1.7.1 - Essai Micro-Deval en présence d'eau, MDE, [P 18-572]

L'essai Micro-Deval en présence d'eau (MDE) sert à mesurer la résistance à l'attrition des matériaux, par frottement réciproque des granulats et d'une charge abrasive constituée de billes sphériques en acier, dans un cylindre en rotation.

L'essai a été réalisé en présence d'eau suivant les spécifications de la norme française P 18-572. La valeur du coefficient MDE est donnée par la relation suivante :

$$MDE = 100 \frac{m}{M} \quad (2-19)$$

où : M est la masse sèche de l'échantillon pour essai,

m est la masse sèche de la fraction du matériau passant, après l'essai, au tamis de 1.6 mm.

La prise d'essai étant de 500 grammes sur la classe granulaire 10/14 mm, la charge abrasive était de 5000 ± 5 grammes.

Le gravillon d'Altwies Ga 8/20 n°1 donne la valeur suivante au MDE (tab.15) :

Tableau 15 : Coefficient MDE du gravillon 8/20 d'Altwies n°1

Matériaux	coefficient MDE
Ga 8/20	49.2

2.1.7.2 - Essai de Los Angeles, LA, [P18-573]

L'essai Los Angeles permet de caractériser la résistance à la fragmentation, par chocs, des éléments d'un matériau.

Comme précédemment, l'essai a été réalisé suivant la norme française en vigueur : P 18-573. La valeur du coefficient Los Angeles (LA), sur la fraction granulaire 10/14mm, est exprimée par la relation suivante :

$$LA = 100 \frac{m}{5000} \quad (2-20)$$

où : $m = 5000 - m'$ est la masse sèche de la fraction du matériau passant après l'essai au tamis de 1.6 mm, en grammes

m' est la masse sèche de la fraction du matériau refusée après essai au tamis de 1.6 mm, en grammes

Le gravillon 8/20 n°1 donne la valeur suivante de coefficient Los Angeles (tab. 16) :

Tableau 16 : Coefficient Los Angeles du gravillon 8/20 d'Altwies n°1

Matériaux	coefficient LA
Ga 8/20	51

A ce stade, il est intéressant de remarquer qu'après avoir subi l'essai de Los Angeles, le gravillon restant semble avoir des grains bien plus isotropes que dans son état initial.

2.1.7.3 - Essais en compression et en traction par fendage

La résistance finale d'un béton dépend de la résistance mécanique de la phase liante et de celle des granulats utilisés, mais aussi de paramètres comme la rugosité, et l'adhérence des granulats (cf. §633). C'est la raison pour laquelle des essais mécaniques en compression et en traction ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques et des parallélépipèdes taillés dans le grès d'Altwies. Le grès soumis aux essais mécaniques en compression et en traction est le grès à texture fine, de couleur beige clair.

Résistance à la compression

La résistance à la compression d'une éprouvette d'essai est la valeur de la contrainte de rupture du matériau. Elle est obtenue en appliquant un effort normal centré croissant de 0.5 MPa/sec. sur les deux faces opposées et parallèles d'une éprouvette de forme parallélépipédique, ou cylindriques, d'élancement variable.

La formule suivante permet de calculer la résistance à la compression pour chaque essai.

$$R_c = \frac{10F}{S} \quad (2-21)$$

où : R_c est la résistance à la compression de l'échantillon, en MPa

F est la force de rupture, en kN

S est la surface comprimée de l'échantillon, en cm^2

Six éprouvettes carottées (cylindres) ou sciées (parallélépipèdes) dans des blocs de grès provenant de la carrière d'Altwies, ont été soumises aux essais avec une presse hydraulique. Sur les échantillons soumis aux essais, l'orientation des éprouvettes vis à vis d'un éventuel litage sédimentaire n'était pas visible à cette échelle.

La section de chaque éprouvette différente et la force de rupture sont reportés dans le tableau suivant (tab. 17), avec les résultats.

Tableau 17 : Essais en compression sur des éprouvettes de grès d'Altwies

Essai	L (cm)	l (cm)	h (cm)	S (cm ²)	F (kN)	Rc (MPa)	Remarques
1	5.4*	-		22.89	164.0	71.6	plans non parallèles
2	7.5	3.7	7.7	27.75	159.0	57.3	plus ou moins plane
3	3.7	3.3	5.1	12.21	92.2	75.5	
4	4.9	4.2	5.9	20.33	242.5	119.2	Fracturation en cours d'essais
5	5.0	4.8	5.6	24.00	218.5	91.0	rupture plus ou moins homogène
6	4.8	4.5	5.7	21.63	204.0	94.3	surface d'appui légèrement abîmée

L : longueur de la section de l'éprouvette, *ou diamètre dans le cas d'un cylindre,

l : largeur de la section de l'éprouvette,

h : hauteur de l'éprouvette,

S : section de l'éprouvette,

F : Force de rupture de l'éprouvette,

Rc : Résistance à la compression calculée.

Les résultats présentent une dispersion assez grande en partie liée aux hétérogénéités de la roche. On peut malgré tout estimer la résistance moyenne à la compression des grès beiges aux alentours de 80 à 90MPa.

Résistance à la traction par fendage

Elle est obtenue par fendage en appliquant un effort normal centré croissant de 0.05 MPa/sec. sur deux génératrices opposées d'une éprouvette cylindrique ou prismatique (fig. 10).

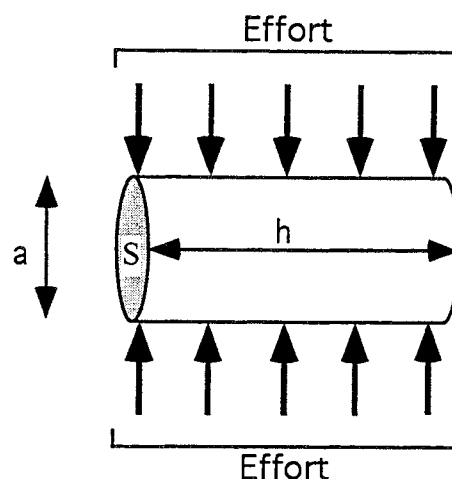


Figure 10 : Principe schématique de la mesure de la résistance à la traction par fendage

La formule suivante permet de calculer la résistance à la traction pour chaque essai.

$$R_t = \frac{20.F}{\pi.a.h} \quad (2- 22)$$

où : R_t est la résistance à la traction par fendage de l'échantillon, en MPa,
 F est la force de rupture de l'échantillon, en kN,
 a est le diamètre ou la diagonale de l'échantillon, en cm,
 h est la longueur de l'échantillon (sur laquelle s'exerce l'effort).

Trois essais ont été réalisés ; deux sur éprouvettes cylindriques et un sur parallélépipède. La longueur, le diamètre ou la diagonale de l'éprouvette, et la force de rupture ont été relevés à chaque fois. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant (tab. 18).

Tableau 18 : Essais en traction sur des éprouvettes de grès d'Altwies

Essais	h (cm)	a* (cm)	F (daN)	Rt(MPa)
1	8.0	6.0	5300	7.03
2	9.5	5.4	3400	4.20
3	9.4	5.4	3300	4.12

h : longueur de l'éprouvette,
 a : diagonale ou diamètre dans le cas d'éprouvettes cylindriques,
 F : force de rupture de l'éprouvette,
 R_t : résistance à la compression calculée.

Bilan

Les essais de résistance mécanique à la compression ou à la traction par fendage donnent des valeurs assez élevées (90 MPa en compression) pour ce type de roche et constituent deux éléments *a priori* très favorables pour l'élaboration de bétons courants. En revanche les résistances à l'attrition et à la fragmentation du gravillon concassé 8/20 d'Altwies, Ga 8/20 n°1, sont médiocres. La valeur du Los Angeles, si elle était confirmée par d'autres essais, exclurait même ces granulats d'un usage pour bétons hydrauliques, au sens des normes françaises actuellement en vigueur (P18-540, octobre 1997). Toutefois il n'a jamais été établi de corrélation franche entre ce critère et la résistance des bétons. D'autre part, l'utilisation du mode de concassage sélectif a permis d'améliorer grandement la résistance du gravillon à l'attrition et à l'usure.

2.1.8. Etude de la morphologie

2.1.8.1 - Coefficient d'aplatissement

Les grains des granulats sont caractérisés par trois dimensions principales, qui sont (fig. 11) :

- la grosseur G ,
- l'épaisseur E ,
- la longueur L .

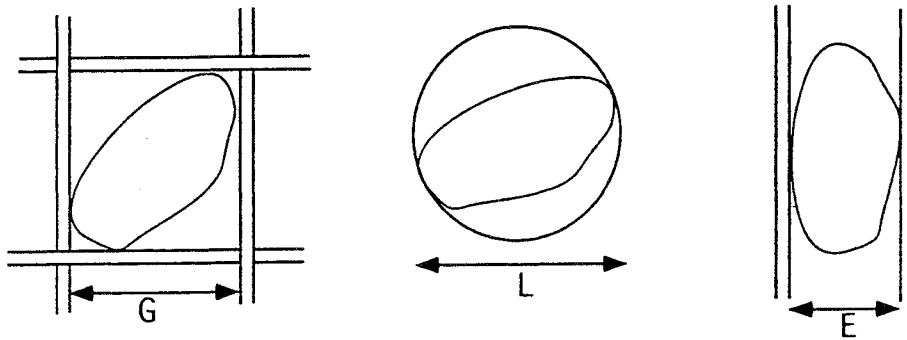


Figure 11 : Les trois dimensions principales d'un gravillon

Le premier tamisage effectué pour établir les courbes granulométriques a permis de classer les gravillons en classes granulaires d/D , suivant leurs grosseurs G . La progression géométrique entre deux mailles de tamis successifs est telle que $D=1.25d$.

L'étude du coefficient d'aplatissement consiste à trier les gravillons d'une même classe granulaire suivant leur épaisseur E . Pour ce faire, un deuxième tamisage est donc effectué sur des tamis à fentes parallèles d'écartement égal à $d/1.58$. Les granulats qui traversent ces tamis ont donc un rapport $G/E > 1.58$ et sont considérés comme plats. Cet essai ne s'effectue que sur des gravillons d/D , avec $d \geq 4$.

Pour une classe granulaire donnée, A , le coefficient d'aplatissement, se calcule avec la formule suivante :

$$A = 100 \frac{P}{R} \quad (2- 23)$$

où : P est la masse du passant sur le tamis à fentes

R est la masse du refus sur le tamis à mailles carrées

Pour l'ensemble d'un matériau, le calcul du coefficient A devient :

$$A = 100 \frac{\sum P}{\sum R} \quad (2- 24)$$

Pour le gravillon 8/20 d'Altwies les tamisages successifs donnent les valeurs suivantes (tab. 19).

Tableau 19 : Calcul du coefficient d'aplatissement A du gravillon d'Altwies Ga 8/20 n°1, par classes granulaires et pour l'échantillon total

Tamis à mailles carrées (G)			Tamis à fentes parallèles (E)		
Ouverture d (mm)	Classe granulaire d/D	Refus R (g)	Ecartement e (mm)	Passants (g)	Coefficient A
20	20/25	8958	12.5	1285	14.34
16	16/20	9519	10	1344	14.12
12.5	12.5/16	7841	8	1765	22.51
10	10/12.5	4283	6.3	1308	30.54
8	8/10	2401	5	850	35.40
6.3	6.3/8	2281	4	855	37.48
5	5/6.3	890	3.15	318	35.73
4	4/5	431	2.5	192	44.55
Echantillon total 4/25:		36604	-	7917	21.63

On note que les différentes classes granulométriques du gravillon 8/20 d'Altwies ne présentent pas un coefficient d'aplatissement similaire. Il existe une grande variabilité, qui est fonction de la taille du granulat, comme l'indique la figure 12 ci-après.

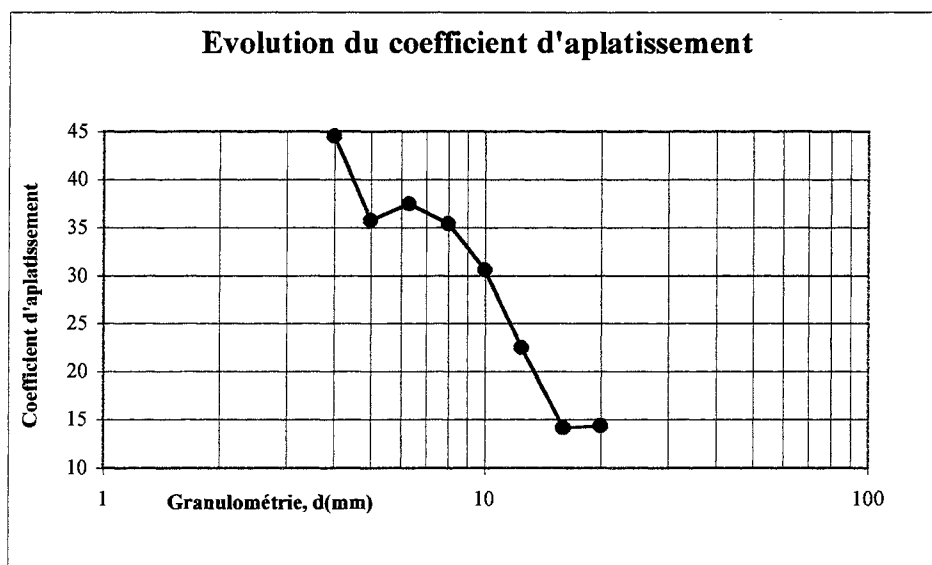


Figure 12 : Variation du coefficient d'aplatissement en fonction de la grosseur des granulats

Les valeurs du coefficient d'aplatissement sont très élevées pour les classes granulométriques de petites tailles et diminuent très fortement avec l'augmentation de la taille des grains. Ce phénomène est grandement lié aux litages microscopiques qui se sont formés lors du dépôt de la roche. Au concassage giratoire par exemple, ce sont ces litages qui cèdent en premier et favorisent donc l'apparition de grains plats d'épaisseur égale ou supérieure à celles de ces strates élémentaires.

Comme pour les déterminations des propriétés physiques (masses volumiques, absorption, porosité, compacité) on a de nouveau étudié indépendamment les deux faciès beige et jaune de la classe granulométrique 8/10 du gravillon Ga 8/20 n°1. Les grains de chaque faciès ont subi, un tamisage sur le tamis à fentes parallèles. La détermination du coefficient d'aplatissement s'opère comme indiqué précédemment et les résultats figurent dans le tableau suivant (tab.20).

Tableau 20 : Proportions relatives et coefficient d'aplatissement (A) des deux faciès du gravillon 8/20 d'Altwies, Ga 8/20 n°1

Ga 8/20, coupure 8/10	aplatissement A
Coupure 8/10	35.4
Faciès grenu, jaunâtre	18.5
Faciès fin, beige clair	44.5

On constate un contraste élevé entre les valeurs des deux faciès qui traduisent une morphologie fort différente des grains des deux faciès. Les grains issus du faciès gréseux beige-clair sont fortement aplatis, tandis que ceux du faciès jaune possèdent peu de grains plats et ont par conséquent une forme plus arrondie.

2.1.8.2 - Coefficient volumétrique

Le coefficient volumétrique dont il est question ici est un paramètre qui permet de quantifier le volume réel des gravillons par rapport au volume qu'ils auraient s'ils étaient parfaitement sphériques (en conservant un diamètre équivalent à leur longueur). Cette mesure se fait sur un ensemble de gravillons pris individuellement. Pour chaque gravillon, il faut donc mesurer :

- le volume réel V_r , trouvé grâce au rapport de la masse sèche (m) sur la masse volumique réelle (ρ_r) ;

$$V_r = \frac{m}{\rho_r} \quad (2-25)$$

- le volume de la sphère exinscrite, qui est la sphère de diamètre L englobant la totalité du gravillon, donné par ;

$$V_{se} = \frac{\pi \cdot L^3}{6} \quad (2-26)$$

Le coefficient volumétrique C_v se calcule de la manière suivante :

$$C_v = 100 \frac{\sum V_r}{\sum V_{se}} \quad (2-27)$$

En ce qui concerne le gravillon 8/20 d'Altwies n°1, les mesures ont été réalisées indépendamment pour chaque classe granulaire supérieure à 4 mm, avec une population représentative de 100 grains chacune. Les résultats figurent dans le tableau 21 et la figure 13.

Le coefficient volumétrique général de l'ensemble du gravillon d'Altwies a ensuite été calculé en pondérant chaque coefficient partiel, C_v , suivant les proportions relatives des différentes coupures granulométriques.

Tableau 21 : Calcul du coefficient volumétrique C_v du gravillon d'Altwies, Ga 8/20 n°1, par classes granulaires et pour l'échantillon total

Classe granulométrique, d	Masse totale des 100 grains (g)	Coefficient volumétrique C_v
20	1738	24.3
16	941	17.2
12.5	458	17.0
10	199	14.5
8	101	14.3
6.3	46	13.5
5	26	12.7
4	13	11.6
Echantillon total :		20.1

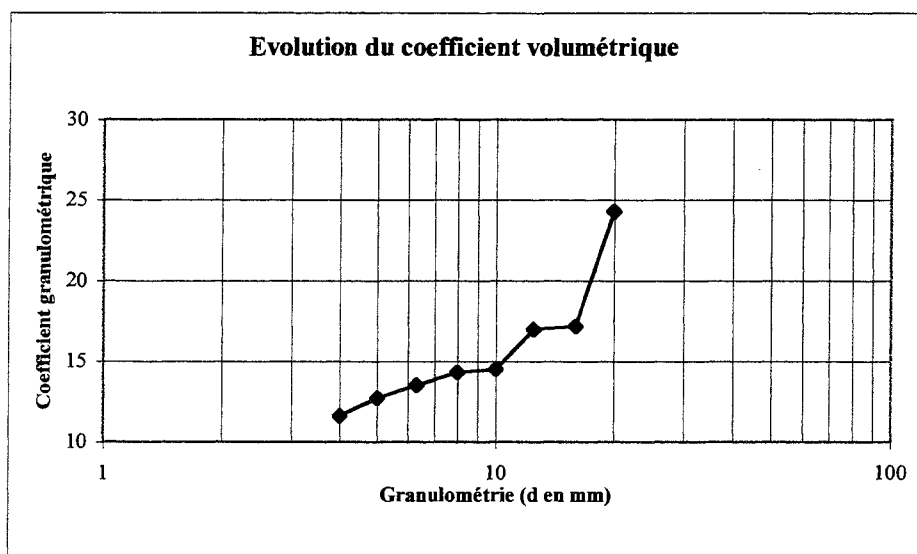


Figure 13 : Variation du coefficient volumétrique en fonction de la grosseur des granulats

Les mesures du coefficient volumétrique des différentes tranches granulaires sont le reflet logique de celles obtenues pour l'aplatissement. Le coefficient volumétrique est faible lorsque la proportion d'éléments plats est forte, et inversement.

2.1.8.3 – Bilan concernant Ga 8/20 n°1

En premier lieu, on remarque que la morphologie du gravillon 8/20 d'Altwies (étudié sur la coupure 4/20) est loin d'être homogène. Le coefficient d'aplatissement moyen ($A=22$) est bon, mais il varie graduellement d'une classe élémentaire à l'autre et atteint des valeurs très élevées pour les plus petites coupures. Le coefficient volumétrique évolue aussi d'une classe à l'autre, en conformité avec les résultats obtenus pour l'aplatissement. Cependant, le coefficient volumétrique moyen ($C_v=20$) est médiocre, comparé par exemple (Zennir, 1996) à celui des gravillons roulés de Moselle ($C_v=36$) ou à celui des gravillons calcaires concassés ($C_v=27$).

Cette constatation est grandement liée à la nature sédimentaire de la roche. Les éléments plats produits dans les petites coupures granulométriques sont en fait l'expression du fin litage millimétrique que l'on observe sur les échantillons de roche rapportés au laboratoire.

Par ailleurs, on remarque clairement l'existence de propriétés morphologiques différentes pour les deux faciès gréseux présents dans le gravillon 8/20 d'Altwies. Le grès jaune produit des grains plutôt arrondis et présente donc un faible coefficient d'aplatissement ($A=19$) alors que le faciès beige clair a, au contraire, un coefficient d'aplatissement très élevé ($A=45$). Ces variations morphologiques des grains se répercutent sur la compacité. C'est ainsi que l'on a mesuré (cf. § 2165) une compacité particulièrement élevée de 0.608, supérieure à celle du sable de Moselle pour le grès jaune et une compacité nettement plus faible, de 0.532, pour le grès beige clair.

2.1.9. Conclusion

La formulation rationnelle de bétons nécessite de connaître avec précision les diverses propriétés des différents constituants que l'on va y incorporer. C'est l'objectif de cette première étape de l'étude qui concerne l'ensemble des granulats dont on dispose. Elle permettra aussi, avec l'étude de la compacité des mélanges granulaires (chapitre 5), de sélectionner le(s) sable(s) qui composeront les bétons.

Parmi les sables, on distingue principalement deux variétés très différentes. La première est un sable alluvial siliceux de Moselle (Sm) provenant de la région de Pont-à-Mousson, tandis que la deuxième est constituée par des «sables de roche» obtenus par concassage de grès à matrice calcaire, plus ou moins indurés, exploités dans les Grès du Luxembourg. Les sables de roche se subdivisent eux-mêmes en deux catégories suivant qu'ils sont obtenus par un concassage primaire (Sa1 ; Sb) ou un concassage secondaire (Sa2).

Les deux sables de roches primaires ont des caractéristiques semblables. Ils se caractérisent par une très grande finesse granulométrique (d_{50} proche de $400\mu\text{m}$) associée à une forte proportion (environ 8%) de fines siliceuses *de taille inférieure à $80\mu\text{m}$* . Ils correspondent essentiellement à des grains de quartz, sensiblement de même taille, désolidarisés de la roche (faciès jaunâtre peu cimenté, pauvre en carbonates) lors du concassage. De ce fait, leur porosité et l'absorption sont très faibles. Ils sont relativement pauvres en argiles (illite et kaolinite) et comportent une petite proportion de carbonate de calcium (environ 10%). Une estimation de leurs compacités montre qu'elle sont plus faibles que celles des sables de Moselle ou secondaire d'Altwies (environ 63 contre 69).

De part son origine, le sable secondaire (Sa2) a de nombreuses similitudes avec les sables primaires (masses volumiques, minéralogie, forte proportion de fines...). Il présente néanmoins un certain nombre de différences grandement liées au fait qu'il s'agit d'un résidu du concassage secondaire. On notera qu'il est plus grossier (module de finesse de 2.07 contre 1.18 et 1.08 pour les sables primaires) et que sa courbe granulométrique fait apparaître une forte proportion de petits grains individualisés et de fragments de roche (en forme de plaquettes). Sa teneur en carbonate de calcium est assez élevée car c'est au niveau de ce sous-produit que s'accumule toute les fines générées par le broyage de la matrice calcaire du grès beige (faciès bien cimenté, riche en carbonates). On remarquera enfin que c'est le sable qui a les plus faibles porosités (0.53%) et absorption (0.20%).

Contrairement aux sables de roche, le sable de Moselle est très pauvre en fines, mais plus équilibré pour ce qui des éléments de plus grandes tailles (module de finesse de 2.80). Il est exclusivement composé de grains siliceux (fragments de quartz, roches plutoniques...) roulés d'où une porosité et une absorption quasiment nulles. Il s'agit également d'un sable propre sans argiles ou presque.

Le grès concassé d'Altwies est un gravillon relativement fin (d_{50} de 12.5mm ; D_{max} de 20mm). Il comporte environ 9% d'éléments de taille inférieure à 8mm et sa fraction de sable correspond au sable secondaire Sa2. La structure même du grès est responsable d'une porosité (8%) et d'une absorption importantes (2.8%) du matériau. Les éléments sont des fragments de grès ce qui explique aussi la teneur en carbonates de calcium élevée (45%) puisque le ciment du grès est calcitique.

D'un point de vue morphologique on s'aperçoit que le gravillon comporte une forte proportion d'éléments plats, surtout au niveau des coupures granulométriques de petites tailles. Ce handicap se répercute sur les compacités de chaque tranche et, finalement, sur la compacité du mélange.

Les propriétés mécaniques sont contrastées puisque les essais de Los Angeles et Micro-Deval donnent des résultats médiocres (LA de 49 ; MDE de 51) alors que les résistances mécaniques à la compression et en traction sont bonnes pour ce type de roche (résistance à la compression de 90 MPa). Il faut cependant noter que ces essais mécaniques ont été effectués sur un faciès de grès beige. Dans la carrière d'Altwies, il existe un autre faciès jaunâtre, bien moins induré et donc moins résistant. La différence de comportement qui existe entre ces deux faciès est clairement soulignée par des études comparatives de la morphologie et de diverses propriétés physiques réalisées indépendamment sur ces deux faciès de grès.

L'étude détaillée de la morphologie révèle en effet l'existence de morphologies très différentes entre les deux faciès gréseux (le gravillon est constitué au $\frac{3}{4}$ du grès fin de couleur beige et $\frac{1}{4}$ de grès plus grossier de couleur jaune ocre).

Le grès à texture fine, de couleur beige clair, a tendance à produire une forte proportion d'éléments plats, notamment dans les fines coupures, en raison de l'expression du litage millimétrique de la roche lors du concassage. Ces plans de litage se sont formés lors du dépôt sédimentaire des grains (cf. § 2121) et sont quasiment imperceptibles dans le faciès gréseux. La forme des grains du faciès beige est médiocre et la compacité de l'empilement est moindre. La texture de ce faciès lui confère tout de même de bonnes qualités intrinsèques, à savoir des résistances à la compression et à la traction satisfaisantes, ainsi qu'une faible porosité et absorption.

Au contraire, le grès jaunâtre possède de bonnes propriétés morphologiques, liées à la texture moins litée de ce second faciès, ce qui engendre une compacité (intergranulaire) nettement supérieure. Mais la cimentation du grès est incomplète, voire quasiment nulle, et entraîne une porosité et une absorption élevées. La roche est donc plus friable et mécaniquement moins résistante.

Les propriétés générales du granulat, étudié dans son ensemble, sont en réalité la combinaison des particularités des deux faciès. Une solution séduisante consisterait à obtenir un granulat qui possède à la fois les propriétés morphologiques du faciès gréseux jaunâtre et les propriétés mécaniques et physiques du faciès beige clair. Ceci demanderait d'envisager une exploitation sélective, dans la mesure du possible, et de modifier certains paramètres lors du concassage.

Les deux faciès qui composent le grès exploité à la carrière d'Altwies sont très imbriqués et il n'est donc pas envisageable d'effectuer une exploitation sélective. En revanche, la fragmentation par des chocs, occasionnés lors de l'essai de Los Angeles (cf. § 2172) a permis d'obtenir un granulat ayant une morphologie assez isotrope. Il est donc possible d'améliorer la forme des granulats. Des essais de réglage et de régime du concasseur giratoire actuel, voire l'utilisation éventuelle d'un autre appareil, sont des solutions à envisager.

Un nouveau mode de concassage a été testé expérimentalement à la carrière d'Altwies et a fait l'objet d'une nouvelle série d'analyses qui font l'objet du paragraphe suivant.

2.2. LES GRAVILLONS ISSUS DU CONCASSAGE SELECTIF

2.2.1. Présentation de l'essai de concassage

L'essai de Los Angeles a permis de constater que la forme des grains du faciès beige peut être améliorée avec une fragmentation par chocs. Le concasseur giratoire génère moins d'impacts ; il se limite à une fragmentation des matériaux selon les plans de litage et conduit à l'obtention d'un granulats plus plat. Il est donc intéressant d'expérimenter un concassage secondaire du type percussion, même si le rendement est moindre en terme de quantité de gravillon produite, pour voir si l'on pourrait améliorer la forme des grains issus du faciès beige.

Des essais de concassage secondaire ont été réalisés sur une petite installation mobile habituellement destinée à recycler des produits de démolition. Les essais ont été effectués sur quelques centaines de kilogrammes de blocs issus du concassage primaire. Finalement, un échantillon de 40 kg de tout-venant, identifié sous l'abréviation «TVa», a été prélevé et a servi à l'étude présentée dans le paragraphe suivant.

2.2.2. Influence sur la granularité

La granularité du tout-venant «TVa» obtenu avec le nouveau mode de concassage a uniquement été étudiée pour la fraction granulaire supérieure à 1mm. La courbe correspondante est portée sur la figure 14. L'étude des éléments fins nous intéresse moins dans la mesure où l'on cherche à améliorer les propriétés des gravillons. De plus, il y a probablement peu de risques de modifications au niveau du sable.

Afin d'évaluer les éventuelles modifications entre l'ancienne et la nouvelle production, la courbe granulométrique du nouveau tout-venant (Tva) a été scindée, sur le graphique, en deux fractions théoriques ; un sable 0/8 (Sa2 n°2) et un gravillon 8/20 (Ga 8/20 n°2).

Cette figure reprend également les courbes des deux productions issues du concassage secondaire industriel de la carrière d'Altwies, le gravillon 8/20 (Ga 8/20 n°1) et le sable 0/4 (Sa2).

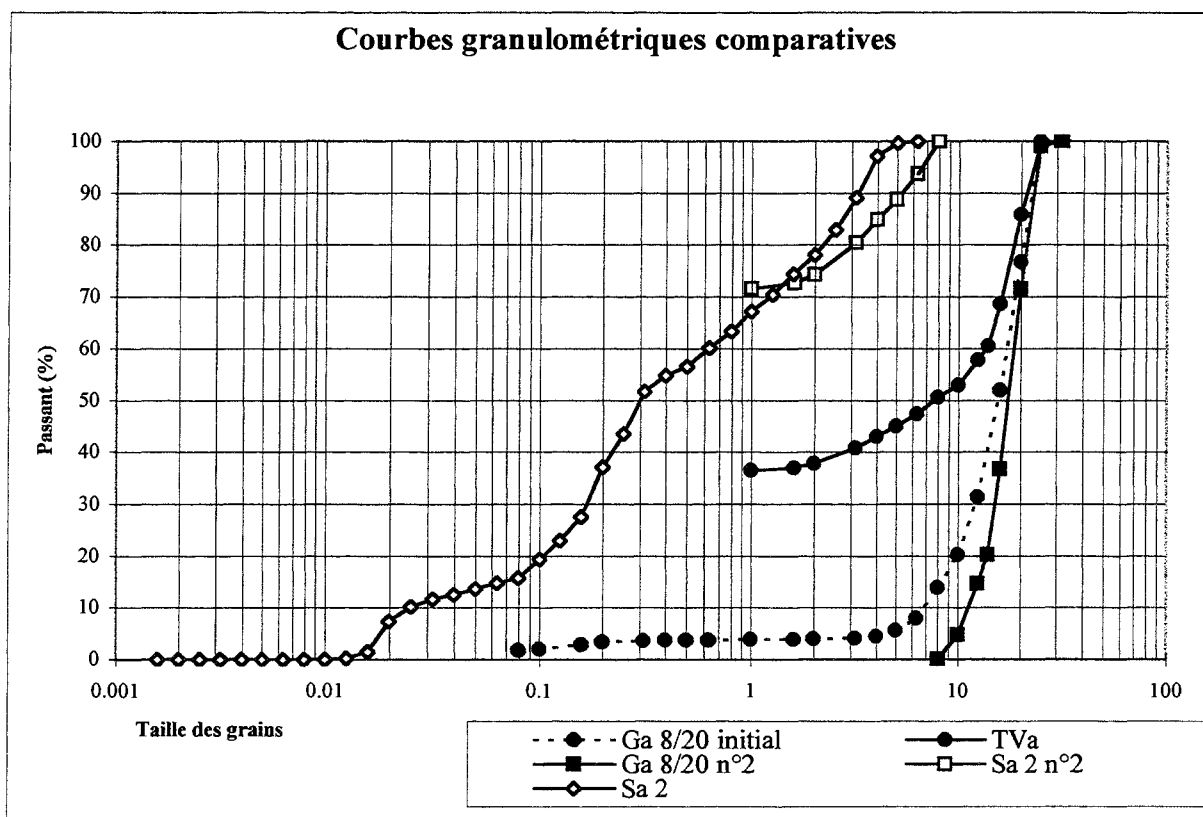


Figure 14 : Courbes granulométriques comparatives des matériaux issus des concassages secondaires, industriel (giratoire) et expérimental (percussion)

On constate :

- pour la fraction 8/20, qu'il existe une bonne similitude entre les deux types de courbes, aux écarts près, liés à la création de la coupure théorique élémentaire
- pour la fraction 0/8, un déficit en éléments de tailles comprises entre 1.6 et 6.3 mm et donc probablement un enrichissement en éléments plus fins

La courbe du tout-venant montre également que le concassage secondaire à percussion produit approximativement 54 % de sable secondaire, et donc (seulement) 46% de gravillon. Ces chiffres sont à comparer au ratio obtenu avec le mode de concassage habituel (non communiqué).

2.2.3. Incidence sur le coefficient d'aplatissement

Il s'agit du même essai (cf. 2181) que celui précédemment effectué sur les tranches granulométriques élémentaires du gravillon Ga 8/20 n°1. Le tableau suivant indique les coefficients d'aplatissement obtenus avec le tout-venant, pour les mêmes tranches élémentaires que celles étudiées sur Ga 8/20 n°1. A titre de comparaison, les deux séries de valeurs sont portées sur la figure 15.

Tableau 22 : Calcul du coefficient d'aplatissement A du tout-venant TVa, par classes granulaires et pour l'échantillon total

Tamis à mailles carrées (G)			Tamis à fentes parallèles (E)		
Ouverture d (mm)	Classe granulaire d/D	Refus R (g)	Ecartement e (mm)	Passants (g)	Coefficient A
25	>25	190	16	0	0.00
20	20/25	5497	12.5	541	9.9
16	16/20	6882	10	813	11.8
12.5	12.5/16	4380	8	729	16.8
10	10/12.5	1949	6.3	367	18.8
8	8/10	938	5	154	16.4
6.3	6.3/8	1256	4	358	28.5
5	5/6.3	970	3.15	249	25.7
4	4/5	771	2.5	488	63.3
Echantillon total 4/25:		22603	-		16.4

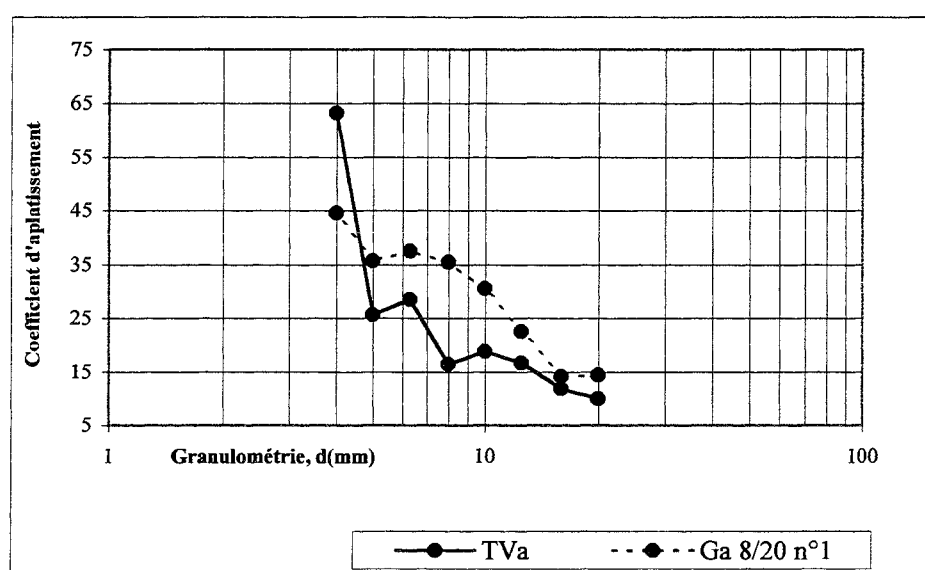


Figure 15 : Coefficients d'aplatissement comparés entre les deux modes de concassage

Le nouveau mode de concassage expérimental améliore sensiblement la forme des grains en générant une moins grande proportion d'éléments plats. Si on compare en effet les nouvelles valeurs aux anciennes, on constate que toutes les tranches ont des coefficients moins élevés, exceptée la tranche granulométrique de 1mm pour laquelle le coefficient est passé de 45 à 63. Comme on l'avait déjà constaté pour Ga8/20 n°1, ce sont les tranches granulométriques de petites tailles qui présentent toujours la plus grande proportion d'éléments plats.

En considérant le matériau dans son ensemble (sur la fraction 4/25), et non plus par classes granulaires, la valeur générale du coefficient d'aplatissement passe de 21.6 (Ga 8/20 n°1) à 16.4 (Ga 8/20 n°2). Le concassage secondaire par percussion améliore donc sensiblement la forme du granulat.

2.2.4. Influence sur les propriétés mécaniques

2.2.4.1 – Incidence du nouveau mode de concassage sur le MDE

L'essai Micro Deval en présence d'eau (NF P18-572) a été effectué sur le nouveau gravillon Ga 8/20 n°2 dans les mêmes conditions opératoires que celles déjà retenues pour le matériau industriel (cf. § 2171). Le tableau suivant indique cette nouvelle valeur et, à titre de comparaison, la valeur déjà obtenue sur le matériau initial.

Tableau 23 : Coefficient MDE du gravillon 8/20 d'Altwies

Matériaux	coefficient MDE
Ga 8/20 n°1	49.2
Ga 8/20 n°2	40

On remarque que le mode de concassage à percussion a pour effet de produire un gravillon dont le coefficient de MDE est sensiblement amélioré par rapport à celui de la production industrielle.

2.2.4.2 – Incidence du nouveau mode de concassage sur le LA

Comme précédemment, l'essai Los Angeles (NF P18-573) a été effectué dans les mêmes conditions opératoires que celles initialement retenues (§ 2172) pour Ga 8/20 n°1. Le tableau suivant reprend les valeurs obtenues avec les deux modes de concassage.

Tableau 24: Coefficient LA du gravillon 8/20 d'Altwies

Matériaux	coefficient LA
Ga 8/20 n°1	51
Ga 8/20 n°2	40

La valeur Los Angeles est fortement améliorée puisqu'elle passe de 51 avec le concassage industriel, à 40 avec le double concassage à percussion.

2.2.5. Conclusion

Le concassage secondaire par percussion produit un tout-venant présentant plus de 50% de sable 0/8, valeur probablement supérieure au ratio de l'installation actuelle. La granularité de la fraction 8/20 n'est guère modifiée.

En revanche les propriétés mécaniques et morphologiques du gravillon sont sensiblement meilleures. Les valeurs des essais mécaniques (MDE et LA) étaient en partie pénalisées par les médiocres résistances mécaniques des grès de couleur jaunâtre, or ceux-ci sont en grande partie éliminés par le nouveau mode de concassage. Ce faciès jaune ressort du concasseur essentiellement sous forme de sable, ce qui explique la forte proportion de la classe 0/8.

La forme des grains issus du faciès de grès beige est améliorée puisque la proportion d'éléments plats a diminué. L'amélioration de la qualité et de la forme des granulats sont des paramètres susceptibles d'avoir des répercussions favorables au niveau des performances des bétons.

Elle permet, en tout état de cause, d'obtenir un meilleur classement du gravillon (granulats pour chaussées ou bétons hydrauliques) selon les spécifications de la norme XP P 18-540 (tableau suivant).

Tableau 25 : Classification des deux types de production, suivant les critères de la norme XP P 18-540

	Production industrielle	Concassage sélectif
Critère et emploi du granulat	Catégorie	Catégorie
Art. 7.1 granulats pour chaussées ^[1]	F	E
Art. 10.1.1 granulats pour bétons hydrauliques ^[2]	D	B - C
Art. 10.1.5 granulats pour bétons hydrauliques ^[3]	B	A

^[1] classification basée sur les valeurs Los Angeles et Micro-Deval

^[2] classification basée sur les valeurs Los Angeles

^[3] classification basée sur les valeurs de l'aplatissement

Lors de l'étude des compacités des différents matériaux (chapitre 5) on verra que la compacité monodimensionnelle de Ga 8/20 n°2, et donc l'empilement des grains se sont également accrus. Le concassage secondaire à percussion est moins enclin à fracturer les blocs de grès suivant leur litage ou leur stratification microscopique et permet de produire des grains ayant une forme plus cubique.

Sans changer pour autant l'installation de concassage actuelle, il pourrait être intéressant de produire périodiquement par un concassage secondaire à percussion les quantités de granulats nécessaires à la confection de bétons.

C'est la solution qui a été utilisée dans le cadre de cette étude. Environ 1 tonne de gravillon (identifié sous le terme de Ga 8/20 n°3) a été préparé et livré en décembre 1998, puis de nouveau 1.5 tonnes en juin 1999 (identifié sous le terme de Ga 8/20 n°4). Pour des raisons techniques, Ga 8/20 n°1 a été criblé à la main.

Ces deux productions de granulats ont servi pour la confection des bétons expérimentaux de cette étude. Leurs courbes granulométriques respectives ont été établies suivant le même principe qu'au paragraphe 2.1.5.1 et sont reproduites dans la figure suivante (fig. 16).

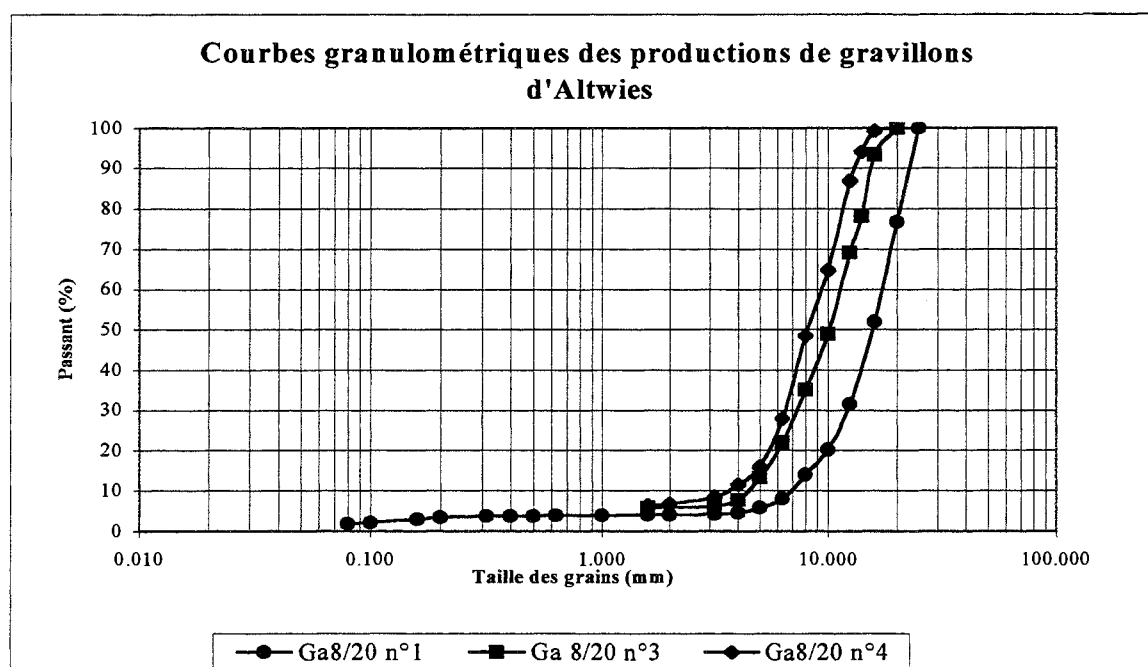


Figure 16 : Courbes granulométriques comparatives des gravillons Ga 8/20 n°3 et 4

On remarque que les productions n°3 et 4 sont assez comparables et qu'elles correspondent à un gravillon plus fin que le premier concassage expérimental (production de Tva, dont est extrait Ga 8/20 n°2) et la production courante (Ga 8/20 n°1). En effet, Ga 8/20 n°2 a sensiblement la même granularité que Ga 8/20 n°1 (cf. § 222, fig. 14) et les différences observées au niveau des productions 3 et 4 sont certainement causées par des différences au niveau des réglages du concasseur secondaire à percussion.

2.3. LES CEMENTS

2.3.1. Quelques rappels sur les ciments Portland

Le ciment est une substance qui se met en place et durcit grâce aux réactions chimiques qui se produisent quand on le mélange avec de l'eau. Les réactions liées au ciment Portland lors de l'hydratation sont principalement basées sur la combinaison de carbonates, silicates et aluminates qui donnent des composés stables et peu solubles.

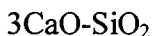
Le ciment Portland

Le ciment Portland est un mélange de clinker et de sulfates (gypse ou anhydrite) finement broyés.

Le clinker résulte de la cuisson à haute température, dans des fours à ciment, d'un mélange de 80% de calcaire ou de craie (carbonates) et 20% d'argile (silicates d'alumine hydratés). Les phases minérales ainsi formées vers 1450°C sont ensuite figées par une trempe qui abaisse la température du système en dessous de 1100°C. Ensuite le clinker est refroidi plus lentement puis finement broyé afin de servir de constituant de base dans l'élaboration des principaux types de ciments purs ou composés.

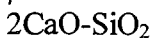
Les principaux constituants du clinker sont :

Silicate tricalcique (Alite), noté $\underline{\text{C}_3\text{S}}$ en notation cimentaire²



Proportion dans le clinker – 50 à 70%

β Silicate bicalcique (Belite), noté $\underline{\text{C}_2\text{S}}$



Proportion dans le clinker – 20 à 30%

Aluminate tricalcique, noté $\underline{\text{C}_3\text{A}}$



Proportion dans le clinker – 5 à 12%

² La notation cimentière ou notation de Bogue utilise les abréviations suivantes :

C = CaO

A = Al_2O_3

$\bar{\text{C}}$ = CO_2

H = H_2O

S = SiO_2

$\bar{\text{S}}$ = SO_3

F = Fe_2O_3

Aluminoferrite tétracalcique, noté **C₄AF**

4CaO-Al₂O₃- Fe₂O₃

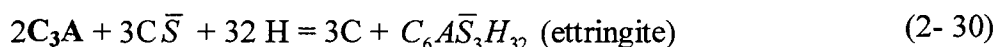
Proportion dans le clinker – 5 à 12%

L'hydratation des constituants du ciment Portland est un phénomène complexe. En présence d'eau, chacun des constituants du clinker réagit pour former des hydrates qui constituent un gel amorphe responsable de la prise puis du durcissement du ciment. Ces hydrates sont des silicates calciques hydratés qui ont des coefficients stœchiométriques variables, C_xS_yH_z, que l'on regroupe par conséquent sous le terme de «CSH». Parmi les principales réactions rencontrées on distingue (Baroghel-Bouny, 1994) :

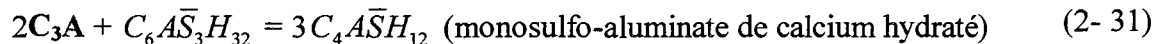
- les composants, comme C₃S et C₂S, qui libèrent de la chaux (CH), ou Portlandite, et forment des CSH.



- les deux autres composants principaux, C₃A et C₄AF qui participent à des réactions plus complexes notamment liées à la formation d'ettringite primaire puis du monosulfo-aluminate de calcium hydraté.

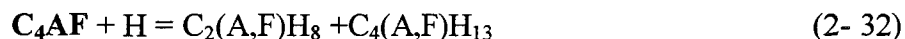


puis



L'hydratation de C₃A permet également la formation de certains aluminates calciques hydratés tels que : C₂AH₈, C₄AH₁₃, C₃AH₆

De même, l'hydratation de C₄AF aboutit à des produits similaires à ceux générés par C₃A mais en substituant aux aluminates des alumino-ferrites.



L'hydratation du mélange se déroule en plusieurs phases qui sont la dissolution (période de gâchage), la phase dormante, la prise et le durcissement.

La dissolution est une phase immédiate qui voit apparaître avec la mise en solution des composés du clinker, un milieu très basique (pH proche de 13) et la libération des ions sulfates apportés par le gypse ou l'anhydrite. En présence d'eau ces derniers réagissent avec C₃A et sont alors responsables de la formation de grande quantité de cristaux d'ettringite primaire.

L'augmentation du pH et de la teneur en ions Ca²⁺ freine les réactions de dissolution. La solution se sature progressivement en chaux et il y a donc un ralentissement provisoire des réactions d'hydratation qui permet le gâchage et la mise en œuvre de la gâchée.

La prise intervient au bout de quelques heures (généralement 1 à 2 heures) lorsque la portlandite précipite. La baisse brutale des concentrations en ions Ca^{2+} et OH^- accélère la dissolution de tous les constituants et entraîne la formation massive des hydrates. Le début de la prise est caractérisée par un essai décrit par la norme NF P 15-431 (cf. § 2324). Les temps de prise minima sont définis par la norme NF P 15-301.

Les ciments Portland composés

Dans les ciments Portland composés, le clinker est en partie remplacé par d'autres constituants qui ont des propriétés hydrauliques, pouzzolaniques ou physiques (NF P 15-301 « Définitions, classification et spécifications des ciments »). Dans ces ciments, les constituants de substitution vont réagir avec une partie de la chaux libérée par le clinker lors de son hydratation, pour former à leurs tours des composés stables hydratés analogues à ceux formés par le clinker lui-même. Ces produits peuvent être naturels ou être des sous-produits industriels.

Le tableau (tab. 26) suivant désigne les cinq types de ciments agréés à la norme et indique leurs plages de compositions.

Tableau 26 : Types de ciment et composition
(valeurs en % en masse, hors sulfate de calcium et additifs)

Désignation	Notation (actuelle-future)	Clinker K	Laitier S	Fumée de silice D**	Pouzzol. naturelles Z	Cendres Volantes		Schistes calcinés T	Calcaires L	Constituants secondaires
						siliceuses V	calciques W			
Ciment Portland	CPA-CEM I	95 - 100	—	—	—	—	—	—	—	0 - 5
Ciment Portland composé	CPJ-CEM II/A	80 - 94	← 6 à 20 * →							
	CPJ-CEM II/B	65 - 79	← 21 à 35 * →							
Ciment de haut fourneau	CHF-CEM III/A	35 - 64	36 - 65	—	—	—	—	—	—	0 - 5
	CHF-CEM III/B	20 - 34	66 - 80	—	—	—	—	—	—	0 - 5
	CLK-CEM III/C	5 - 19	81 - 95	—	—	—	—	—	—	0 - 5
Ciment pouzzolanique	CPZ-CEM IV/A	65 - 90	—	← 10 - 35 →			—	—	—	0 - 5
	CPZ-CEM IV/B	45 - 64	—	← 36 - 55 →			—	—	—	0 - 5
Ciment au laitier et aux cendres	CLC-CEM V/A	40 - 64	18 - 30	—	← 18 - 30 →		—	—	—	0 - 5
	CLC-CEM V/B	20 - 39	31 - 50	—	← 31 - 50 →		—	—	—	0 - 5

* -- la proportion de fillers est limitée à 5% --- ** la fumée de silice est limitée à 10% dans tous les ciments

Classes de résistance et caractéristiques garanties [NF P 15-301]

Pour chaque ciment on définit également sa classe de résistance, qui correspond aux résistances mécaniques minimales et maximales (exprimées en MPa) auxquelles celui-ci devra répondre 28 jours après son gâchage. Les résistances minimales sont garanties à 95% et les maximales à 90%. Ces données sont regroupées dans le tableau 27.

De façon analogue, la norme prévoit aussi des valeurs limites, pour le retrait, les temps de prise et la stabilité.

Tableau 27 : Spécifications mécaniques et physiques des ciments

Classe	Résistance à la compression (N/mm2)				Retrait des CPA-CEM I CPJ-CEM II 28 jours (µm/m)	Temps de début de prise (min)	Stabilité (mm)
	Résistance au jeune âge		Résistance normale				
	2 jours	7 jours	28 jours				
	Li	Li	Li	Ls			
32.5	—	—	≥ 32.5	≤ 52.5	≤ 800	≥ 90	≤ 10
32.5 R	≥ 13.5	—			≤ 1000		
42.5	≥ 12.5	—	≥ 42.5	≤ 62.5		≥ 60	
42.5 R	≥ 20	—					
52.5	≥ 20	—	≥ 52.5	—			
52.5 R	≥ 30	—					

2.3.2 - Les ciments retenus pour l'étude

2.3.2.1 - Type des ciments utilisés et provenance

Comme cela a déjà été défini au paragraphe 1.3, on souhaite utiliser les ciments couramment utilisés dans les bétons fabriqués à Luxembourg et plus particulièrement ceux employés dans la fabrication des bétons produits par les partenaires industriels. Il s'agit par conséquent des CEM I 42.5 R, CEM II/B-S 42.5 et CEM III/A 42.5 que l'on désignera par la suite par CEM I, CEM II et CEM III.

Les ciments utilisés pour réaliser cette étude sont ceux produits à Esch-sur-Alzette (Grand Duché du Luxembourg) par la société des « Ciments Luxembourgeois ».

Afin d'utiliser des ciments aux propriétés quasiment optimales, l'approvisionnement a été effectué à plusieurs reprises. Les différents types de ciments employés ne sont donc pas tous issus de la même production et leurs caractéristiques peuvent légèrement évoluer d'une livraison à l'autre. Pour palier à ce problème, les séries indépendantes d'essais expérimentaux sur mortiers et bétons ont toujours été réalisées avec un même lot de ciment. Le tableau suivant reprend les différentes productions (tab. 28).

Tableau 28: Approvisionnements successifs en ciments et usages.

Livraison et période de production	Ciment	Usage
Avril 1998	CEM I, II et III	Mortiers
Décembre 1998	CEM III	Bétons (mise au point des formules et application aux kieselguhrs)
Mars 1999	CEM I	Bétons (application aux kieselguhrs)
Novembre 1999	CEM I	Bétons (recherche des valeurs de « p » et « q »)

2.3.2.2 - Compositions

Les compositions globales sont liées au type du ciment, mais pour comprendre et interpréter les réactions susceptibles de se produire avec les kieselguhrs, il peut être intéressant de les connaître plus en détail.

Le tableau ci-dessous (tab. 29) donne la composition minéralogique du clinker qui entre dans la composition des ciments (tab. 30).

Tableau 29 : Proportion des phases du clinker

Phases du clinker	Proportion (%)
C_3S	65-70 %
C_2S	6-8 %
C_3A	5-7 %
C_4AF	9-11 %

(d'après les fiches techniques des Ciments luxembourgeois)

Tableau 30 : Proportion des principaux constituants des ciments de l'étude

	CEM I 42.5 R	CEM II/B-S 42.5	CEM III/A 42.5
Clinker	95 %	69 %	55 %
Laitier granulé	-	26 %	40 %
Filler calcaire	5 %	5 %	5 %
Retardateur	Anhydrite naturelle	Anhydrite naturelle	Anhydrite naturelle

(d'après les fiches techniques des Ciments luxembourgeois)

Le CEM II a une composition intermédiaire entre le CEM I et le CEM III puisque l'ajout employé dans le CEM II est du laitier granulé et que ces trois ciments ont le même retardateur (anhydrite) et un constituant secondaire (filler calcaire) identique.

On peut aussi remarquer que le CEM III est, au vu de sa catégorie, relativement riche en clinker.

2.3.2.3. - Courbes granulométriques des ciments (états floculé et défloculé)

La granulométrie des trois ciments a été étudiée à l'aide de deux techniques différentes qui sont la granulométrie Laser, et la sédimentométrie (cf § 2132).

Les courbes granulométriques Laser ont été fournies par la cimenterie et sont reportées dans la figure suivante (fig. 17). Cette technique, mettant en œuvre une dispersion de la poudre par ultrasons lors des mesures, donne automatiquement des courbes granulométriques défloculées (cf. § 2152). Dans le cas présent, elle montre que les trois ciments ont des courbes granulométriques quasiment identiques avec un d_{50} voisin de $10.5\mu m$. Ces courbes correspondent à celles des ciments lorsqu'il sont utilisés avec des adjuvants tels que des fluidifiants.

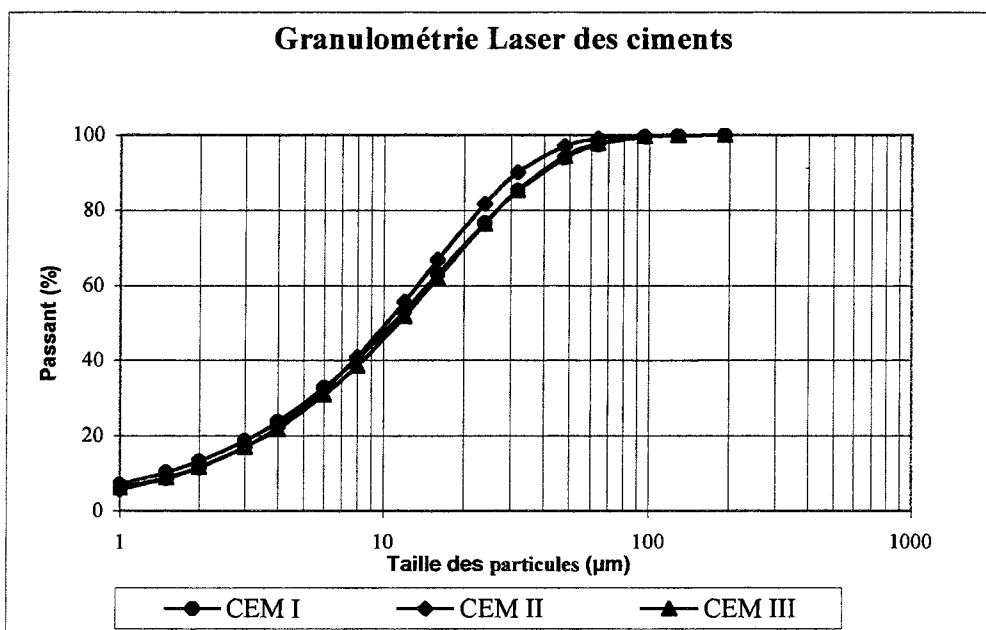


Figure 17 : Courbes granulométriques des ciments, effectuées au granulomètre Laser (d'après les fiches techniques des Ciments luxembourgeois)

On a également cherché à connaître l'allure des courbes granulométriques des ciments floculés pour les cas éventuels où l'on n'utiliserait pas de fluidifiant.

La méthode employée fut la sédimentométrie dans l'eau, en considérant que les effets de la dissolution et les premières réactions chimiques n'influencent guère la taille des grains de ciment dans les vingt premières minutes de l'essai (le mélange eau-ciment n'a été fait qu'une minute avant le début des mesures).

L'utilisation de l'eau, et non du benzène qui empêcherait toute réaction chimique, a aussi l'avantage de placer les grains de ciment dans un environnement similaire (bien que plus dilué) à celui des mortiers et des bétons.

Mis à part la brève hydratation préalable des poudres, le mode opératoire de l'essai est conforme identique à celui adopté au § 2152.

Une série de trois essais a été réalisée sans utilisation d'adjuvant, avec les différents ciments. Pour comparer cette méthode avec la granulométrie Laser, une sédimentométrie a également été réalisée en présence d'adjuvant. Le produit employé a été le fluidifiant BV décrit au paragraphe 2422.

Les différentes mesures permettent de tracer les courbes granulométriques représentées dans la figure suivante (fig. 18).

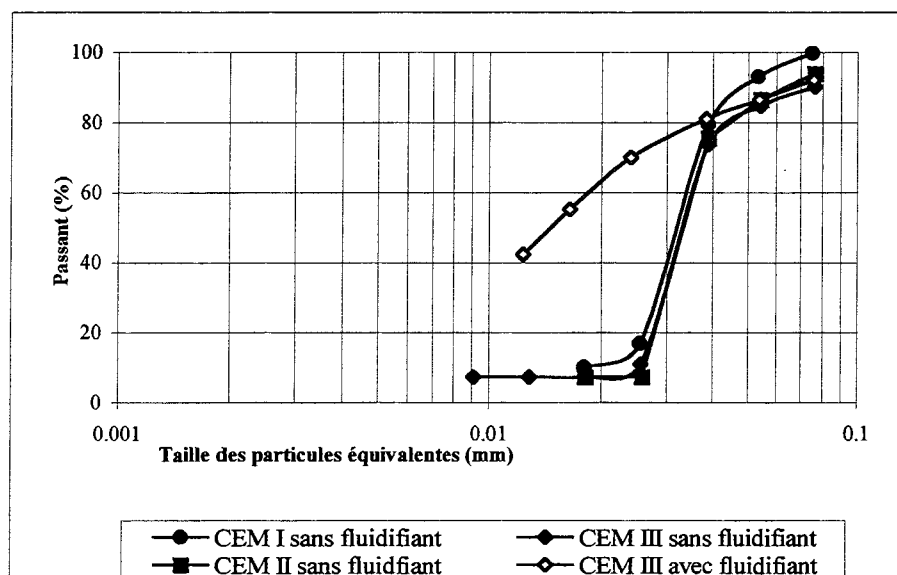


Figure 18 : Courbes granulométriques des ciments effectuées au granulomètre Laser (d'après les fiches techniques des Ciments luxembourgeois)

Les courbes granulométriques des ciments floculés font très nettement apparaître la présence d'amas de grains de ciment (les flocons) ayant une taille comprise entre 30 et 50 μ m. La sédimentométrie réalisée sur le CEM III, en présence de fluidifiant, permet d'établir un début de courbe granulométrique d'allure différente mais elle correspond bien à celle du ciment défloculé réalisée précédemment à l'aide d'un granulomètre Laser. Ceci confirme également la pertinence de cette méthode sur les ciments, dans les conditions que nous avons fixées.

2.3.2.4. – Essai de prise hydraulique [NF P 15-431]

Cet essai consiste à déterminer le temps de prise, c'est à dire la durée qui s'écoule entre l'instant où le liant a été mis en contact avec l'eau de gâchage et le «début de prise».

Il a été exécuté sur des pâtes pures de ciment de consistance normale (mélange eau – ciment uniquement) suivant les prescriptions de la norme. Entre chaque observation qui consiste à mesurer l'enfoncement de l'aiguille de Vicat, le moule tronconique rempli de pâte a été immergé dans de l'eau à 20°C.

Les valeurs de l'essai de prise, correspondent au temps écoulé avant l'observation, qui consiste à voir s'arrêter l'aiguille à une distance du fond du moule supérieure à 2.5 mm. Elles sont reportées dans le tableau suivant (tab. 31).

Tableau 31 : Temps de prise mesuré sur les trois types de ciment

Ciment	E/C	Temps de prise
CEM I	0.26	1h 55
CEM II	0.28	3h 40
CEM III	0.28	3h 40

On remarque que le CEM II et le CEM III ont des temps de prise identiques, de 3 heures 40, relativement longs. Quant au CEM I son temps de prise est bien plus court, ce qui est normal vu qu'il s'agit d'un ciment à prise rapide (CEM I 42.5 R).

2.3.3 - Conclusion

Les ciments que l'on envisage d'utiliser sont des ciments Portland purs ou composés. Il s'agit d'un CEM I 42.5 R, un CEM II/B-S 42.5 et un CEM III/A 42.5.

A la base, ils utilisent tous le même clinker, essentiellement constitué de C3S et C2S qui sont des phases minérales susceptibles de libérer une grande quantité de chaux lors de l'hydratation du ciment. Les ciments composés ne diffèrent du CEM I que par un ajout de laitier granulé (26% pour le CEM II et 40% pour le CEM III) en substitution du clinker.

Les courbes granulométriques établies par la cimenterie pour ces trois ciments sont quasiment identiques. Elles indiquent que la majeure partie des grains a une taille comprise entre 1 et 90µm, avec une valeur de 10.5µm pour le d_{50} . On a également pu constater que sans l'ajout de plastifiant, le squelette granulométrique des ciments est fort différent puisqu'il forme des flocons d'environ 30 à 50µm.

Le temps de prise est aussi une donnée importante caractéristique de chacun de nos ciments. Elle est rapide pour le CEM I en raison de son type R (temps de prise de 1h55) et assez longue pour les CEM II et CEM III (temps de prise de 3h 40).

2.4. LES ADJUVANTS

2.4.1. Quelques notions sur les adjuvants, définition et fonctions essentielles

Au sens de la norme EN 934-2, les adjuvants sont des produits solubles dans l'eau qui, incorporés aux bétons à des doses qui doivent être inférieures ou égales à 5% du poids de ciment, permettent d'améliorer certaines de ses propriétés à l'état frais ou durcis (NF P 18-331). Les adjuvants sont définis par la norme EN 934-2 et sont d'un emploi très courant dans tous les bétons actuels.

Parmi les nombreux types d'adjuvants, on distingue plusieurs grandes catégories (Hewlett 1995) qui font appel à des molécules diversifiées³ (ACI Committee 212, 1993), organiques ou minérales :

- les accélérateurs de prise (chlorure de calcium, voire oxalate de lithium, triéthanolamine...)
- les retardateurs (lignosulphonates à base de sucre, acide hydroxycarboxylique, et leurs dérivés respectifs)
- les plastifiants (lignosulphonates, acide hydroxycarboxylique)
- les entraîneurs d'air (résines naturelles de bois, huiles et acide stéarique, lignosulphonates)

³ On ne donne ici que les composés les plus courants.

- les hydrofuges (natures très diverses)
- les rétenteurs d'eau (oxydes de polyéthylène, cellulose)
- les superplastifiants (mélamine-formaldéhyde sulphonaté, naphthalène sulphonate-formaldéhyde, polyacrylates, polyphosphonates...)
- les adjuvants divers

Les adjuvants divers sont très variés et comprennent entre autres :

- les fillers, inertes, pouzzolaniques ou hydrauliques
- les inhibiteurs de corrosion (nitrate de sodium, benzoate de sodium)
- les réducteurs d'alcalins (sels de lithium, barium)
- les formeurs d'air (aluminium, magnésium, zinc)
- les fongicides (phénols polyhalogénés, composés de cuivre)

Comme pour le choix des ciments, on a déjà décidé au préalable, dans notre cahier des charges (cf. § 1.3), d'utiliser l'un des deux adjuvants couramment utilisés dans les centrales à bétons des partenaires industriels, à savoir un plastifiant (BV) ou un superplastifiant (OFT3).

2.4.2. Les plastifiants : présentation et produits retenus pour l'étude

2.4.2.1 – Rôle et mode d'action des plastifiants et super-plastifiants

Le rôle des plastifiants est d'augmenter la maniabilité du béton sans avoir à rajouter d'eau supplémentaire qui aurait notamment pour effet d'entraîner une chute des performances mécaniques.

Par conséquent l'emploi de plastifiants permet aussi de maintenir la maniabilité tout en diminuant la quantité d'eau de gâchage. En d'autres termes cela revient à diminuer le rapport E/C, ce qui permet d'obtenir de meilleures performances mécaniques sans pour autant augmenter la quantité de ciment. Si on vise les performances rhéologiques et mécaniques initiales, il devient alors possible de diminuer le dosage en ciment.

Le mode d'action des plastifiants (fig. 19) repose sur des problèmes de charges électrostatiques où chaque molécule de plastifiant peut être considérée comme une charge négative associée à une chaîne hydrocarbonée (Hewlett, 1995).

Dans une suspension aqueuse (avec ou sans ciment), les grains les plus fins ont automatiquement tendance à s'agglomérer pour former des flocons de plus grande taille. La cohésion de ces structures est assurée par les charges électrostatiques de surface des grains et l'ionisation de la couche d'eau adsorbée qui les entoure (Legrand, 1982). En présence de fluidifiants, les chaînes hydrocarbonées des molécules de fluidifiant sont adsorbées à la surface des grains en laissant dépasser dans l'eau environnant leur charge négative. Les différentes charges négatives présentes à la surface des grains se repoussent et ont pour effet d'éloigner les grains les uns des autres. La formation des flocons ne peut donc s'effectuer, ce qui entraîne un squelette granulométrique plus fin et la libération de l'eau qui se retrouverait piégée dans les flocons. Dans les liants hydrauliques, ces deux phénomènes entraînent un mélange granulaire plus fluide. Les effets de ces adjuvants se font également ressentir au niveau de l'air entraîné.

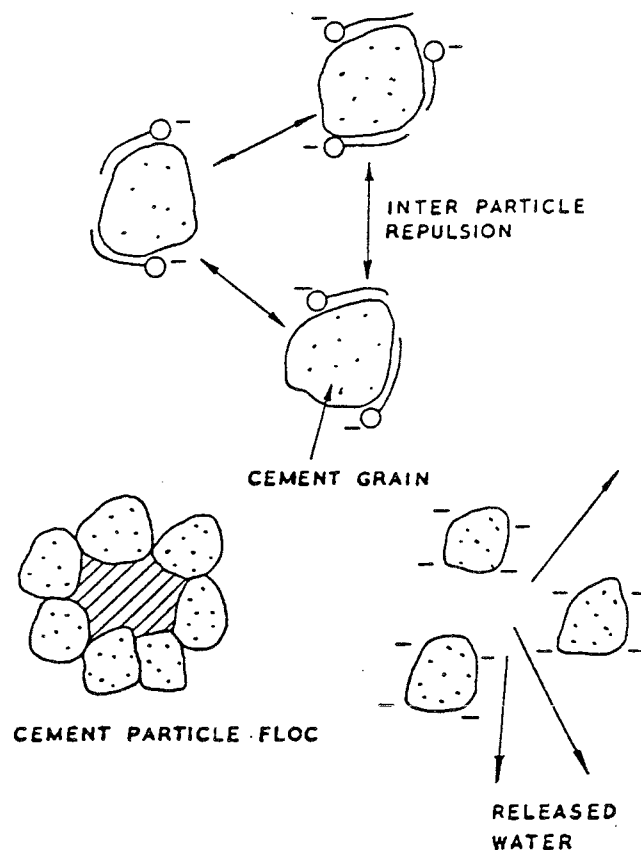


Figure n° 19 : Effets des plastifiants sur les grains (d'après Hewlett , 1995)

2.4.2.2 - Caractéristiques des plastifiants disponibles

Deux adjuvants sont à notre disposition. Il s'agit d'un plastifiant (nom commercial : «BV») et d'un superplastifiant (nom commercial : «OFT3») produits par la société Tillman BV.

Leurs principales propriétés physiques, nécessaires pour le calcul des formules de béton ont été déterminées par nos soins sur les produits qui nous ont été fournis par les partenaires industriels. Elles sont regroupées dans le tableau suivant (tab.32).

Tableau n° 32 : Principales caractéristiques des adjuvants BV et OFT3 mesurées sur les produits utilisés

Propriétés	Unités	BV	OFT3
Masse volumique totale	Kg/m ³	1090	1190
Extrait sec (e.s.)	%	20.85	39.75
Masse volumique (e.s.)	Kg/m ³	1431	1671
Teneur en eau	%	3.796	1.516

La fiche technique du produit indique que l'utilisation de BV en surdosage a des effets retardateurs sur la prise hydraulique.

Les essais de sédimentométrie (cf. § 2152) ont montré que l'emploi d'un défloculant (hexamétaphosphate de sodium) avait une action sur le sable secondaire d'Altwies, riche en éléments fins carbonatés, et n'en avait pas sur les sables presque entièrement siliceux (sables primaires de Brouch et d'Altwies).

Des essais similaires ont été réalisés à pH neutre en employant les plastifiants et superplastifiants BV et OFT3 pour défloculer les fines. Les résultats des courbes granulométriques obtenues ont été rigoureusement identiques aux résultats cités précédemment.

Des auteurs ont montré qu'à pH neutre, les fines siliceuses ne flocculent pas (BUIL, 1990), contrairement aux fines carbonatées. Il paraît donc normal qu'un défloculant ait une action sur le sable secondaire d'Altwies, riche en carbonates fins, et n'en ait pas sur des sables pauvres en carbonates. Dans ces derniers, les carbonates sont en outre mobilisés au niveau de la matrice des plus gros grains résultant de l'assemblage de grains de quartz individualisés.

Il en est tout autrement à pH basique (pH=13) puisque les particules siliceuses flocculent (le mélange décante en moins de 5 minutes) et, dans ce cas, l'adjonction d'un adjuvant se fait ressentir.

2.4.2.3 – Choix de l'adjuvant

Le choix de l'adjuvant a été établi en fonction de celui qui est couramment utilisé dans les formules de B25 et B35 notamment avec les granulats gréseux et calcaires. Il s'agit du plastifiant BV, qui est en outre moins cher que le superplastifiant OFT3.

2.4.3. Dosage du plastifiant mesuré sur des coulis et des bétons

Le choix de l'adjuvant s'est porté sur le plastifiant BV produit par Tillman®. Dans la notice du produit, le fabricant conseille de l'utiliser à raison de 1 à 4 ml par kilogramme de ciment, ce qui correspond à un pourcentage massique de 0.13 à 0.45% (en tenant compte de la masse volumique du plastifiant : 1.13g/cm³ indiquée par Tillmann).

D'autre part, les partenaires industriels l'utilisent avec des dosages compris entre 0.15 et 0.30%, suivant la nature des granulats, la résistance caractéristique et la consistance des bétons.

On a cherché à déterminer expérimentalement la dose de saturation du plastifiant (dosage qui correspond au meilleur compromis entre la quantité d'adjuvant et les effets souhaités). Cette recherche a été menée à la fois sur des coulis et sur des bétons.

2.4.3.1 – Essais sur des coulis

Recherche de la dose de saturation

Le protocole expérimental employé s'inspire de la méthode des coulis de l'AFREM proposée pour la formulation des bétons à hautes performances (De Larrard et al., 1996).

La différence majeure entre nos mesures et la méthode proposée réside dans le fait que l'on a réalisé des essais sur des coulis, sensu stricto, alors que la méthode de l'AFREM déduit la

formulation des coulis à partir de celle des bétons en enlevant tous les éléments supérieurs à 2 mm ainsi que l'eau qu'ils absorbent.

La mesure du temps d'écoulement au cône de Marsch et l'exploitation de nos résultats ont été effectuées suivant les indications de l'AFREM. Le temps d'écoulement correspond au remplissage d'un récipient de 500ml.

Une des caractéristiques principales du coulis est son rapport E/C. Il a été déterminé sur le coulis faiblement adjuvanté (0.05% d'extrait sec), par des ajustements progressifs du volume d'eau. L'objectif était d'obtenir une pâte ayant un temps d'écoulement au cône de Marsh relativement long, T, proche de 30 secondes. Cet essai préliminaire réalisé, le rapport E/C a été gardé constant en déduisant du volume d'eau de gâchage, l'eau apportée par le plastifiant.

D'un coulis à l'autre on notera toutefois une très légère différence de volume liée au volume, variable, d'extrait sec apporté par l'adjuvant suivant son dosage.

Les mesures de fluidité ont été réalisées sur six coulis de CEM I puis de CEM III dont la composition est 2000g de ciment ajouté à 780g d'eau dont une certaine proportion de plastifiant BV (extrait sec). Les essais ont été menés à une température de 20°C.

Les points expérimentaux obtenus avec les ciments CEM I et CEM III sont reportés sous forme d'une ligne brisée dans un repère semi-logarithmique, où $\log(T)$ est fonction du pourcentage d'extrait sec de plastifiant (cf. fig 20). La dose de saturation correspond à l'abscisse du point de la ligne brisée qui est tangent à une droite D de pente 2/5 (hypothénuse d'un triangle de base 1% et de hauteur 0.4 unité logarithmique).

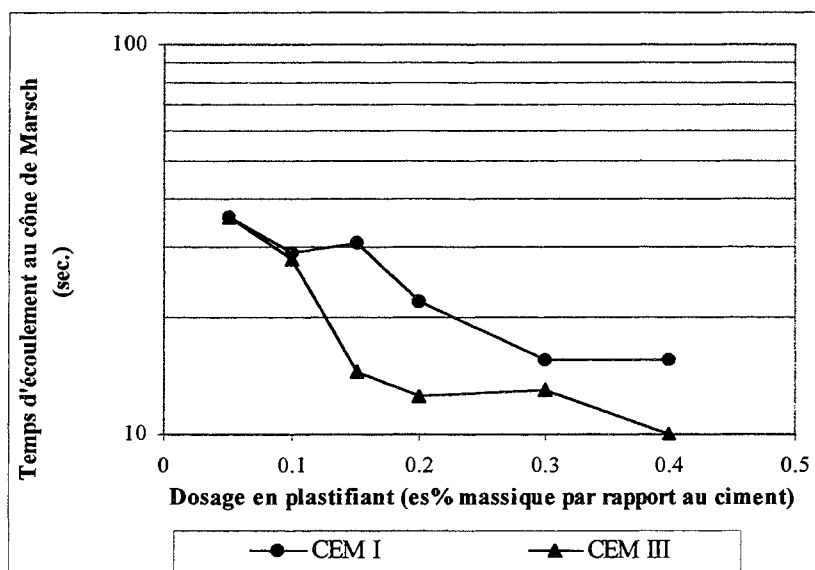


Figure 20 : Temps d'écoulement au cône de Marsch, en fonction du dosage en plastifiant, de coulis à base de CEM I et CEM III.

Ces essais montrent que la dose de saturation du CEM III est de l'ordre de 0.2% d'extrait sec de plastifiant tandis que celle du CEM I se situe vers 0.3%. Connaissant la fraction d'extrait sec présente dans le plastifiant (20%) on peut aisément transcrire ces valeurs par rapport au produit liquide: 1% à 1.5%. Ce sont là des valeurs bien plus élevées que celles préconisées par le fabricant (0.13 à 0.45%) et utilisés par les partenaires industriels.

Stabilité dans le temps

L'étude de la stabilité dans le temps est réalisée sur deux coulis de CEM III dosés en plastifiant à 0.05% d'adjuvant (extrait sec), ce qui correspond au dosage moyen employé par le partenaire industriel et le second à 0.25% d'adjuvant (dose de saturation expérimentale moyenne).

Comme précédemment, on a tout d'abord ajusté le dosage en eau afin d'obtenir la consistance initiale souhaitée. Elle devait être très fluide (inférieure à 15 secondes), pour pouvoir envisager une étude dans le temps suffisamment longue.

Entre deux essais consécutifs, le coulis est conservé au repos et le bol du malaxeur est recouvert d'un cellophane. Il est remalaxé pendant 15 secondes, à petite vitesse, avant chaque nouvel essai. Les résultats respectifs obtenus avec les deux coulis figurent dans le graphique suivant (cf. fig. 21)

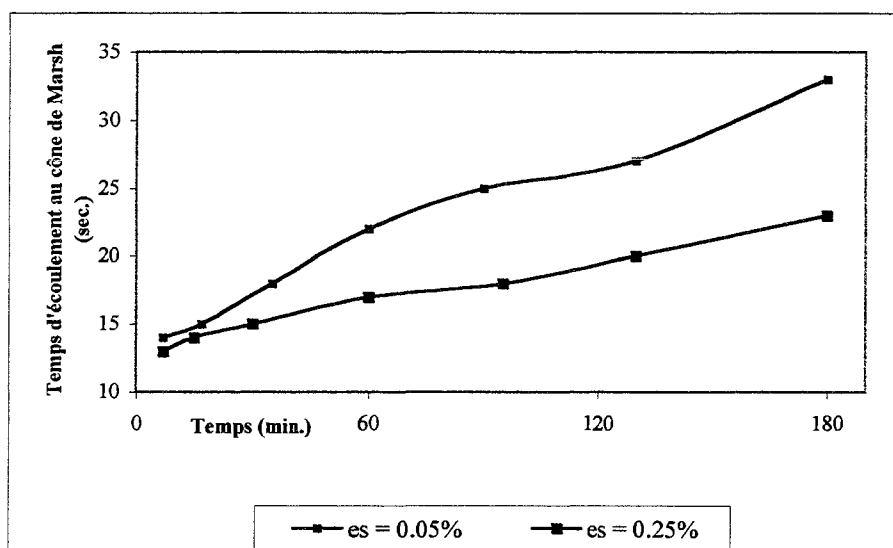


Figure 21 : Action au cours du temps du plastifiant BV, dosé à 0.05% et 0.25%.

Ces résultats montrent une baisse régulière de la fluidité dès les premières minutes de gâchage, ce qui indique que l'effet du plastifiant n'est pas stable dans le temps. Cependant, le fort dosage en plastifiant limite de façon importante la baisse de la fluidité au cours du temps, mais engendre dans un retard de prise conséquent. Au bout de 24 heures le coulis dosé à 0.25% d'extrait sec de plastifiant n'est encore pas parfaitement rigide (l'essai de prise serait tout de même positif).

2.4.3.2 – Essai sur des bétons

Recherche de la dose de saturation

Le principe consiste à mesurer successivement la consistance (cône d'Abrams et essai d'étalement Graff) de plusieurs gâchées de béton diversement dosées en plastifiant. La formule de béton reste toujours inchangée, seul le dosage en plastifiant change.

La formule de base du béton destiné à cet essai correspond à une formule dosée à 350 kg de CEM III, avec un rapport E/C de 0.45 et un squelette granulométrique (Ga 8/20 n°3, Sb et Sm) optimisé (cf. § 65).

Les mesures des affaissements au cône d'Abrams et des étalements Graf en fonction du dosage en plastifiant (extrait sec) sont reportés dans les deux figures suivantes (cf. fig 22 et 23).

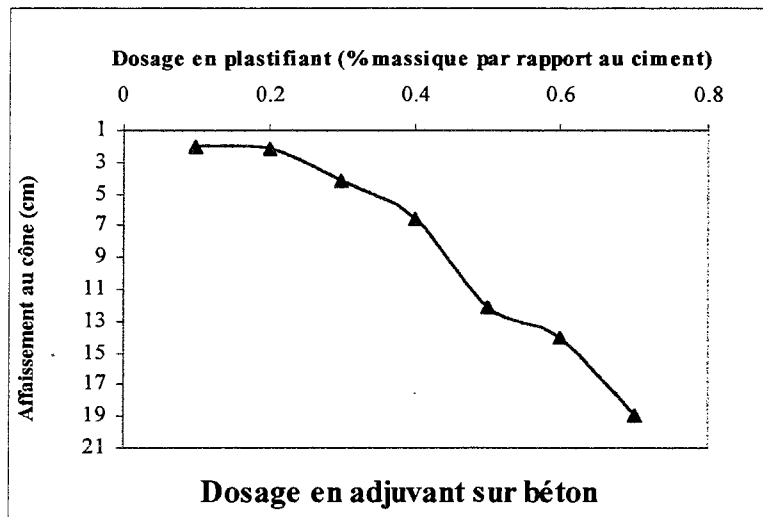


Figure 22 : Evolution de la maniabilité du béton (affaissement au cône d'Abrams) en fonction du dosage en plastifiant BV (exprimé en extrait sec par rapport au ciment).

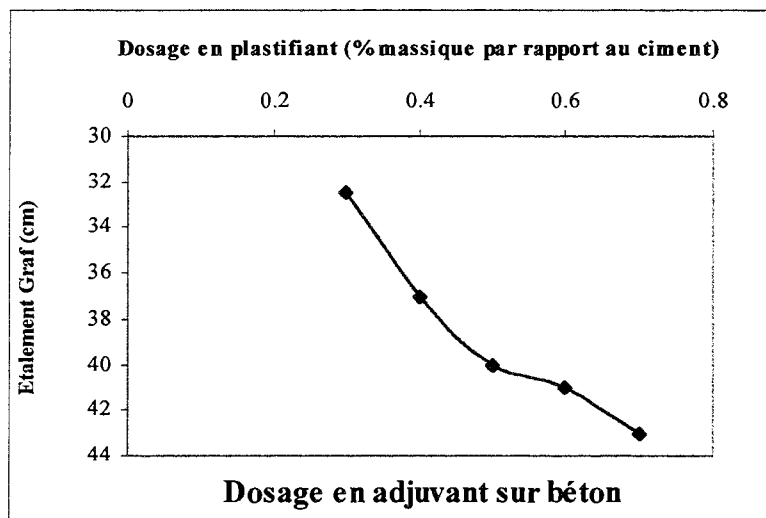


Figure 23 : Evolution de la maniabilité du béton (étalement Graf) en fonction du dosage en plastifiant BV (exprimé en extrait sec par rapport au ciment).

Ces mesures, comme les précédentes effectuées sur les coulis montrent que la dose de saturation se situe nettement au delà du dosage préconisé par le fabricant. On peut estimer que la dose de saturation est marquée par le palier que marquent respectivement les deux courbes, soit pour un dosage de 0.5% de plastifiant (extrait sec). Cette valeur correspond à un dosage de 2.5% de plastifiant.

Répercussion du dosage en plastifiant sur la résistance mécanique à 28 jours

Afin de connaître les éventuelles répercussions d'un fort dosage en adjuvant sur les propriétés mécaniques à 28 jours, on a comparé deux formules de béton similaires qui ne diffèrent l'une de l'autre que par le dosage en plastifiant (0.05 et 0.25% d'extrait sec).

Les caractéristiques principales de ces deux bétons figurent dans le tableau suivant :

Tableau 33 :Influence du dosage en plastifiant BV sur la résistance du béton à 28 jours

	A/C ¹	C	E	E/C	a	γ	Affaissement	Graff ²	Rc ₂₈
	% e.s.	kg/m ³	l	-	l	l	cm	cm	MPa
F1	0.25	334	193	0.578	19	788	16.5	47	42.9
F2	0.05	334	193	0.578	12	795	6	34	40.6

¹ % exprimé en extrait sec par rapport au ciment

² valeur graff indicative, calculée d'après l'affaissement au cône d'Abrams (formule n° 6- 14, §6132)

L'augmentation du dosage en plastifiant (0.25% au lieu de 0.05%) est très sensible au niveau de la consistance du béton (ce qui montre une nouvelle fois qu'avec 0.05%, on n'a pas atteint la dose de saturation), et a été responsable d'un retard de prise important (estimé à 8 ou 9 heures) pour le béton dosé à 0.25% de plastifiant.

A l'échéance de 28 jours, l'écart de résistance mécanique est très faible, puisque le béton fortement dosé en plastifiant gagne seulement 2.3 MPa.

Le surdosage en fluidifiant, à E/C constant, ne modifie donc pas de façon significative la résistance mécanique ; modification éventuellement occasionnée par le retard de prise qui pourrait ainsi favoriser un meilleur développement des hydrates. Il a par contre un effet important sur le retard de prise.

2.1.4. Conclusion

Parmi les nombreux adjuvants disponibles sur le marché, notre choix s'est porté sur le plastifiant BV produit par la société Tillman.

Les essais menés tant sur les coulis que les bétons ont montré que la dose de saturation du plastifiant BV sont compris entre 1 et 2.3% en extrait sec massique ramené au ciment, ce qui est bien plus que la dose maximale recommandée par le fabricant (0.45%).

Par contre de forts dosages en plastifiant occasionnent des retards de prise conséquents. C'est peut être la raison pour laquelle le Tillman ne conseille pas d'utiliser le plastifiant BV à sa dose de saturation, mais à un dosage nettement moindre pour limiter les effets secondaires.

Des essais comparatifs ont été menés sur un béton normalement dosé en plastifiant (dosage moyen du partenaire industriel) et un autre, similaire, mais plus fortement dosé en plastifiant (dose de saturation mesurée sur les coulis). Ils montrent que le plastifiant utilisé à forte dose permet d'améliorer grandement la fluidité du mélange, entraîne un retard de prise important (8 à 9 heures) et n'engendre pas de réelles répercussions au niveau des performances

mécaniques à 28 jours car les kieselguhrs nécessitent certainement de forts dosages en plastifiant (cf. §41).

On a finalement choisi d'utiliser l'adjuvant BV à une dose de 1.25% (dose de saturation, en liquide, mesurée sur les coulis) afin d'assurer un compromis entre le dosage optimal dans les bétons (2.2%) et ceux couramment employés par les partenaires industriels (0.13% proche de la limite de 0.45% conseillée par le fabricant).

2.5. CONCLUSION : CHOIX DES CONSTITUANTS DES BETONS

Le bilan détaillé de l'étude des granulats a été réalisé aux paragraphes 219 et 225.

A ce stade de l'étude, on remarque que l'utilisation combinée d'un sable de roche concassée et du sable alluvial de Moselle permettra certainement d'améliorer la courbe granulométrique au niveau des grains fins. En effet le sable gréseux, en apportant des éléments fins au sable de Moselle qui en est grandement dépourvu, joue alors un rôle de sable correcteur. Cependant, les principales propriétés mesurées sur les sables ne permettent pas de sélectionner directement le choix d'un sable particulier. Les études menées (chapitre 5) sur la compacité théorique et sur les propriétés expérimentales (chapitre 6) des mélanges de sables seront alors nécessaires pour faire un choix de formulation.

Les essais et mesures précédents ont montré tout l'intérêt qu'il pourrait y avoir à modifier le mode de concassage du gravillon d'Altwies. Les propriétés mécaniques et morphologiques sont améliorées, ce qui constitue deux facteurs favorables à l'amélioration des performances des bétons. D'un point de vue mécanique, le gravillon contient plus de gravillons issus du grès beige, ce qui a une influence non négligeable sur les essais de Los Angeles (qui passe de 51 à 40) et de Micro Deval (qui passe de 49.2 à 40). Quant à la morphologie elle est aussi améliorée, ce qui se ressent sur l'aplatissement, de 21.6 avec Ga8/20 n°1, il n'est plus que de 16.4 avec Ga8/20 n°2. Par conséquent l'étude des bétons sera menée sur ces nouvelles productions de gravillons (Ga8/20 n°3 et 4).

Les kieselguhrs seront d'abord étudiés indépendamment avec les trois types de ciment, dans le but de déceler et chercher à comprendre des incompatibilités éventuelles entre les composés des kieselguhrs et les ciments. Ces essais également destinés à mesurer la réactivité des kieselguhrs seront effectués sur des mortiers. Les bétons seront réalisés en priorité avec le CEM III suivant les objectifs de l'étude (il s'agit en effet du ciment courant utilisé dans la formulation des bétons courants des partenaires industriels). A titre expérimental, les gâchées seront systématiquement doublées avec des bétons identiques à base de CEM I.

Le choix de l'adjuvant est arrêté sur le plastifiant BV-Tillmann (adjuvant employé couramment par les partenaires industriels). Dans le contexte d'un béton courant et par soucis de rentabilité économique, on décide donc d'utiliser BV.

Cette partie est entièrement consacrée aux kieselghurs usagés des brasseries. Dans un premier temps, on a collecté un certain nombre de données bibliographiques sur les diatomites (géologie, procédés de traitement industriel, domaine d'utilisation...).

Deux échantillons de kieselguhr ont ensuite été prélevés dans des brasseries et ont permis de caractériser les teneurs en eau et matière organique de ces produits. Une étude préliminaire a montré la nécessité d'un retraitement de type calcination.

Ce procédé a été étudié en détail afin de connaître les conditions (température et durée du traitement) minimales, nécessaires pour éliminer la matière organique piégée dans les filtres de kieselguhrs.

Parallèlement aux essais expérimentaux menés sur la calcination des kieselguhrs, l'évolution de diverses propriétés des produits a été analysée. Il s'agissait de quantifier l'impact de la calcination sur certaines propriétés physiques telles la masse volumique, la demande en eau, la morphologie ou la minéralogie.

Rappel important :

Kieselguhr est le terme germanique qui correspond à diatomite. Cependant les brasseurs emploient souvent ce terme pour désigner le mélange de diatomite et perlite (cf. § 315) qui constitue les filtres de brasseries. On adoptera cette appellation tout au long de ce mémoire, pour distinguer le mélange (kieselguhr), des diatomites pures.

3.1. LES DIATOMITES. GEOLOGIE ET USAGES INDUSTRIELS

3.1.1. Géologie des diatomites (Bignot, 1982)

Les diatomites sont des roches sédimentaires formées par l'accumulation de tests siliceux (frustules) d'algues chlorophylliennes. Elles sont très répandues dans toutes les eaux douces, marines, saumâtres où elles peuvent avoir une vie planctonique ou benthique. On trouve aussi des diatomées dans les sols humides.

Chaque individu est formé par une masse cytoplasmique colorée en brun qu'entoure complètement une carapace rigide, siliceuse (opale) et incolore. Cette carapace, appelée frustule, résiste à l'action des acides et également à un séjour à très haute température. Sa taille est généralement comprise entre 20 et 300µm.

Certaines espèces sont unicellulaires, d'autres sont cénobiales. Les espèces cénobiales ne sont pas isolées, mais se regroupent en petit nombre en s'unissant suivant un enchevêtrement caractéristique. Ces deux formes de diatomées se rattachent à deux grands types d'organisation selon que les frustules présentent un plan de symétrie ou un axe de symétrie, ce qui conduit à distinguer respectivement les «Diatomées pennées» et les «Diatomées centriques» :

- les diatomées pennées ont un frustule formé de deux valves dont l'une recouvre l'autre comme un couvercle recouvre une boîte. L'ornementation et la forme du frustule est très variée. Elle est essentiellement réalisée par des stries, des côtes, des perles, des ponctuations dont la disposition permet de caractériser les espèces.

- Les diatomites centriques ont des plaques valvaires circulaires et parfois triangulaires. L'ornementation est variée et permet également de distinguer les espèces.

Après la mort de l'algue, les frustules se déposent sur le fond. Leur accumulation est alors à l'origine des diatomites. Selon les conditions de sédimentation, les dépôts sont plus ou moins pollués par des lignites et des argiles.

3.1.2. Provenances et utilisations des diatomites

En 1994, 1.4 millions de m³ de diatomites ont été produits dans le monde (Lemons, 1996). Les Etats Unis sont le plus gros producteur et consommateur avec une production de 613 000 m³ (152 millions de \$). Cette production est principalement exportée vers le Canada et le Japon. Les Etats Unis sont suivis par la France et la République de Corée. Le Danemark produit une diatomite impure, avec 30 % d'argiles, utilisée en filtration.

3.1.2.1 - Principaux fabricants de diatomites présents sur le marché européen

Compagnies Nord Américaines :

- **Celite Corporation**

Gisements exploités : Lompoc (USA-Californie)
Quincy (USA-Washington)
Lac Myvatn (Islande)
Murat (France-Cantal)
Alicante (Espagne)

- **Dicalite Corporation**

Gisements exploités : Lompoc (USA-Californie)
Burney (USA-Californie)
Mina (USA-Nébraska)

- **Eagle Pitcher Minerals Inc.**

Gisements exploités : Loveloc (USA-Nébraska)
Sparks (USA-Nébraska)
Vale (USA-Oregon)

Compagnie Française :

- **Ceca**

Gisements exploités : Saint-Bauzile (France-Ardèche)
Riom-ès-Montagne (France-Ardèche)

3.1.2.2 Différents domaines d'utilisation des diatomites

D'après la littérature (Vizinet, 1995 ; Doc. CECA, 1996), les utilisations des diatomites se font dans diverses industries et applications comme :

- la pharmacologie et la cosmétique
- la métallurgie
- la fabrication des peintures (augmentation du volume de peinture);
- la fabrication du papier (aspect brillant des feuilles de papier)
- l'agriculture (dilution de certains produits toxiques)
- la fabrication de pâte pour empreintes dentaires
- la fabrication des allumettes
- la fabrication de pneumatiques et matières en caoutchouc
- la fabrication de containers à acétylène
- la confection des asphaltes, vernis et mastics
- la fabrication de produit d'isolation chaux-silice
- l'élimination du fluor
- la fabrication d'éléments isolants de sécurité (Célite + ciment Portland absorbe l'eau et permet de constituer des matériaux de faible poids, qui flottent).
- les agents abrasifs : silice = bon agent de polissage
- la stabilisation d'explosifs
- la fabrication de briques
- l'utilisation dans des filtres, notamment en agro-alimentaire (brasseries, vinification...)
- **dans les bétons** où elles apporteraient (Vizinet, 1995 ; Jolibert et al., 1994)
 - augmentation de l'homogénéité du produit ;
 - augmentation de sa maniabilité ;
 - diminution du nombre de grumeaux ;
 - béton plus durable ;
 - béton plus imperméable et s'effritant moins ;
 - propriétés pouzzolaniques de la diatomite susceptible d'améliorer la qualité du durcissement.

3.1.3. Traitement industriel des diatomites et conséquences

3.1.3.1 - Traitement industriel

L'exploitation des diatomites se fait en mine à ciel ouvert, et le contrôle des poussières est réglé par la forte teneur en eau (60 à 70 %) de la roche à l'affleurement.

Le procédé de traitement industriel est hermétique de façon à éviter toute pollution par des poussières (Lemons, 1996). La roche extraite est d'abord concassée, séchée, broyée puis épurée pour atteindre une forme pulvérulente. Cette poudre est ensuite calcinée dans un four pour éliminer les impuretés (matière organique...), et éventuellement modifier sa finesse. Le temps de calcination est d'environ vingt minutes, avec des températures différentes suivant la qualité de produit désirée : les diatomites calcinées sont traitées à des températures bien plus basses que les diatomite fluxées.

On distingue trois sortes de diatomites (IFBM, 1996) dont deux sont obtenues par des traitements thermiques :

- Les diatomites brutes, simplement concassées, séchées puis broyées.
- Les diatomites calcinées. Elles sont de couleur beige-rose et sont notamment utilisées comme adjuvant de filtration en brasserie. Leur température de traitement est généralement comprise entre 500 et 900°
- Les diatomites calcinées-activées, ou fluxées issues d'une « calcination-activation ». Ce procédé provoque l'agglomération des frustules de diatomées par pontage (sans altérer la porosité), et les blanchit. Les frustules ne sont alors plus individualisés et forme des plus grosses particules de taille voisine de 25 à 50µm. Ce traitement s'opère à une température proche de 1100°C grâce à l'emploi d'un agent fondant : le *carbonate de sodium*. Ce type de diatomite est également utilisé comme adjuvant de filtration en brasserie.

Les domaines des températures de calcination des diatomites calcinées et fluxées confondues s'étendent de 800 à 1100°C environ (CECA, 1996) ; 500 à 1100°C (renseignement DICALITE).

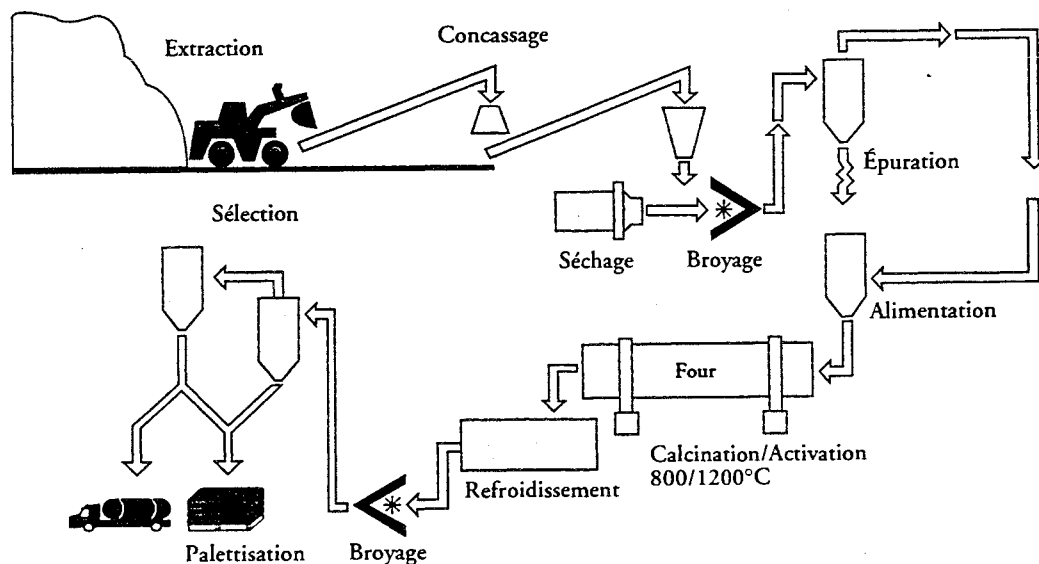


Figure 24 : Schéma de fabrication des diatomites (document Ceca)

3.1.3.2 - Conséquences sur les propriétés physiques et chimiques

Comme le montrent les valeurs regroupées dans le tableau suivant (tab. 34), il est possible de distinguer deux grandes tendances au niveau des propriétés, suivant que les diatomites ont été fluxées ou simplement calcinées.

Les diatomites fluxées sont d'une moins grande finesse granulométrique (d_{50}) que les diatomites calcinées. Elles sont destinées à réaliser des précouches de filtres, comme protection des supports cartonnés de filtration (de façon à ce que les diatomites fines ne

rentrent pas dans le support). Au contraire, les diatomites calcinées sont destinées à des filtrations très clarifiantes de particules microniques (Fiche produit CECA « Clarcel CBL »).

Ces différences granulométriques et texturales se font ressentir au niveau des propriétés physiques. Les diatomites fluxées ont une porosité totale un peu plus faible que les diatomites calcinées, d'après les mesures de porosité au mercure, par tassement et par centrifugation (GABORIAU et al., 1997).

D'autre part, la « densité humide » du gâteau de filtration (par exemple, Clarcel en situation de filtration) est d'autant plus faible que les vides présents dans le gâteau sont importants (Doc. CECA, 1996). Ceci montre également la porosité totale moindre de la diatomite fluxée Clarcel DIC/B par rapport à la diatomite calcinée Clarcel CBL.

Tableau 34 : Propriétés physiques des diatomites calcinées et fluxées, relevées dans la littérature

	Unités	Diatomite calcinée	Diatomite fluxée
D 50 [1]	µm	11	25
Densité Gâteau [1]	g/cm ³	≤ 0.380	≤ 0.480
Perméabilité [1]	Darcy	0.049 - 0.101	0.88 - 1.62
Porosité totale au mercure [2]	%	80.56	77.49
Porosité par tassement [2]	%	85.2	81.3
Porosité par centrifugation [2]	%	86.2	81.3
Effective Bed Voidage [3]	%	19	56

[1] : fiches techniques CECA, 1997 relatives aux diatomites Clarcel CBL (calcinée) et DIC/B (fluxée).

[2] : valeurs publiées par GABORIAU et al, 1997.

[3] : valeurs publiées par FREEMAN et al., 1995.

Comme les frustules de diatomées s'apparentent souvent à des coques creuses, on distingue plusieurs types de porosité (fig. 25). La **porosité intraparticulaire** est le volume des pores présents à l'intérieur des frustules, contrairement à la **porosité interparticulaire** qui est le volume des vides existant entre les frustules. La somme de ces deux porosités constitue la **porosité totale**.

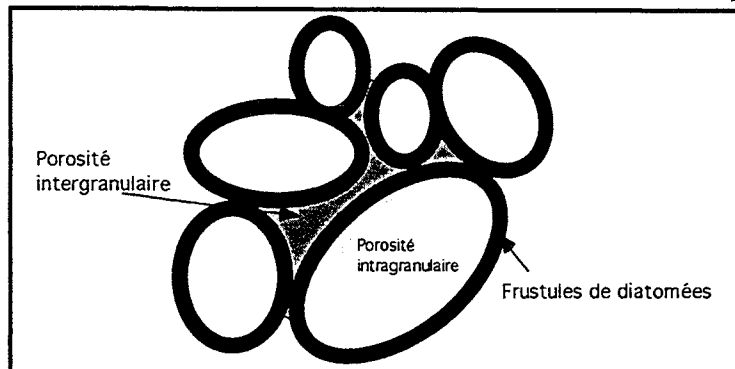


Figure 25 : Schéma représentant les porosités intraparticulaire et interparticulaire

Les mesures du « Effective Bed Voidage ou EBV » (§ 422; FREEMAN et al, 1995) correspondent à la porosité interparticulaire des échantillons de diatomite et ne prennent donc pas en compte la porosité intraparticulaire des frustules. Ces valeurs de porosité sont automatiquement moins élevées que les valeurs de porosité totale.

La porosité totale des deux types de diatomites est sensiblement équivalente, mais leurs porosités interparticulaires, mesurées grâce à l'EBV, sont très différentes.

On en déduit donc que les diatomites calcinées ont une porosité intraparticulaire maximale, et une faible porosité interparticulaire.

A l'inverse, les diatomites fluxées ont une faible porosité intraparticulaire, tout en développant une porosité interparticulaire importante. Les diatomites calcinées présentent donc une faible perméabilité et les fluxées une bien plus forte perméabilité. Ces propriétés

physiques différentes sont d'un grand intérêt dans les techniques de filtration agro-alimentaire et notamment en brasserie (§ 312) mais seront à prendre en considération lors de leur incorporation dans des bétons.

Les compositions chimiques (cf. tab 39, § 4321) de ces deux produits sont assez similaires (plus de 90% de silice), à une nuance près ; les diatomites fluxées comportent environ 3% de sodium en raison de l'ajout du fondant.

Il faut cependant remarquer que si la teneur en silice est quasiment identique entre diatomites calcinées et fluxées, les formes sous lesquelles elles se trouvent peuvent être fort différentes. Majoritairement sous forme d'opales dans les diatomites calcinées, on retrouve la silice presque exclusivement sous forme de cristobalite (polymorphe du quartz) dans les diatomites fluxées. Pour la diatomite provenant du même gisement de Saint-Bauzile (Pichon, 1994), un dosage des phases amorphes silicoalumineuses par dissolution sélective dans l'acide fluorhydrique montre que la diatomite calcinée présente 30% de phase soluble, contre 80% dans le composé brut (non calciné).

Cependant, lors de l'essai Chapelle accéléré à 100°C (cf. § 414), ces deux types de diatomites fixent à peu près la même quantité de calcium (Pichon, 1994). Ceci est dû au fait que les diatomites traitées thermiquement à 900°C acquièrent une structure intermédiaire type opale C (structure intermédiaire entre phase cristalline et non cristalline) tout aussi instable. Ce comportement est confirmé par une résistance équivalente à l'attaque à l'acide fluorhydrique (Jones et Segnit, 1971).

3.1.4. Techniques de filtration aux kieselguhrs en brasserie

Les diatomites sont intéressantes dans les procédés de filtration car il s'agit d'un matériau amorphe et inerte dans des conditions ordinaires de pH. Il n'agit donc pas chimiquement sur les liquides à filtrer, qu'ils soient de nature alimentaire ou non. La grande finesse des diatomites, et surtout les multiples pores micrométriques présents dans les frustules des diatomées, leur donnent d'importantes capacités de filtration.

Les éléments filtrants sont fréquemment constitués par un mélange de deux qualités de diatomites («calcinées» et «fluxées») et d'une roche volcanique broyée, la «perlite» (cf. §315). Cette dernière empêche notamment un colmatage précoce du support de filtration.

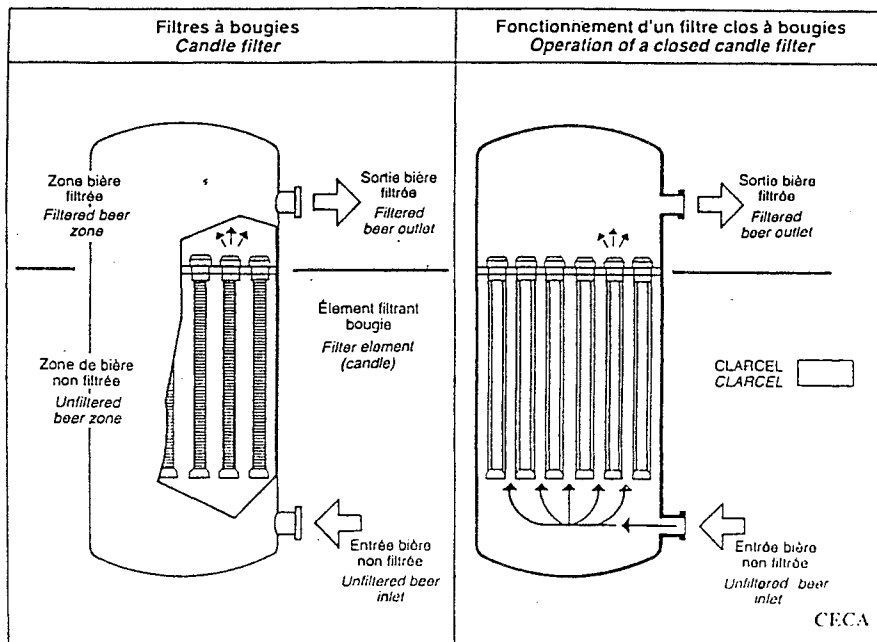
Les kieselguhrs (mélange des trois produits précédents) sont utilisés dans le stade terminal de l'élaboration de la bière pour la débarrasser des résidus de matière organique, notamment des levures, juste avant la mise en bouteilles.

Il existe **3 types principaux** de filtres (fig. 26) qui utilisent des kieselguhrs comme adjuvant de filtration (IFBM, 1996) :

- Filtres presse à support carton
- Filtres à treillis métalliques, horizontaux ou verticaux
- Filtres à bougies

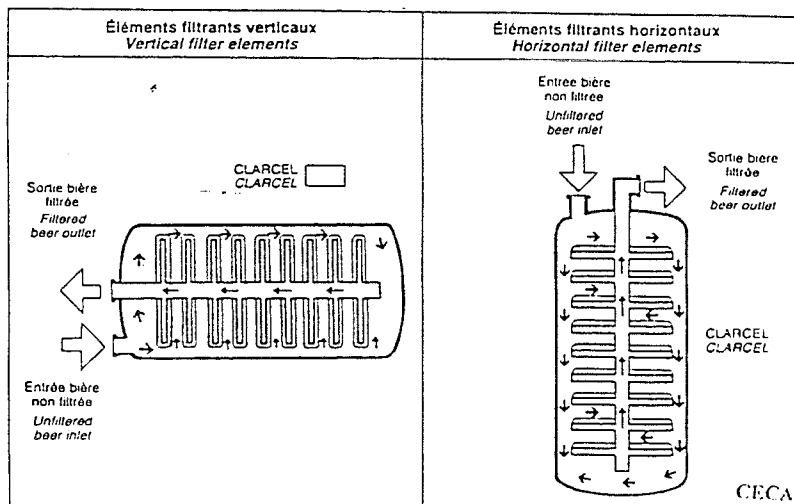
Les gâteaux de kieselguhr mis en œuvre dans les filtres se chargent progressivement en matière organique et sont donc régulièrement changés.

Lors du débatissage, le filtre presse à support carton permet de récupérer un gâteau de kieselguhrs relativement sec. Les deux autres types de filtre rejettent les kieselguhrs sous forme d'une pâte liquide riche en eau.



Filtres à bougies

Fonctionnement des filtres clos à treillis métalliques
Operation of enclosed filters with wire mesh



Filtres à treillis métalliques horizontaux ou verticaux

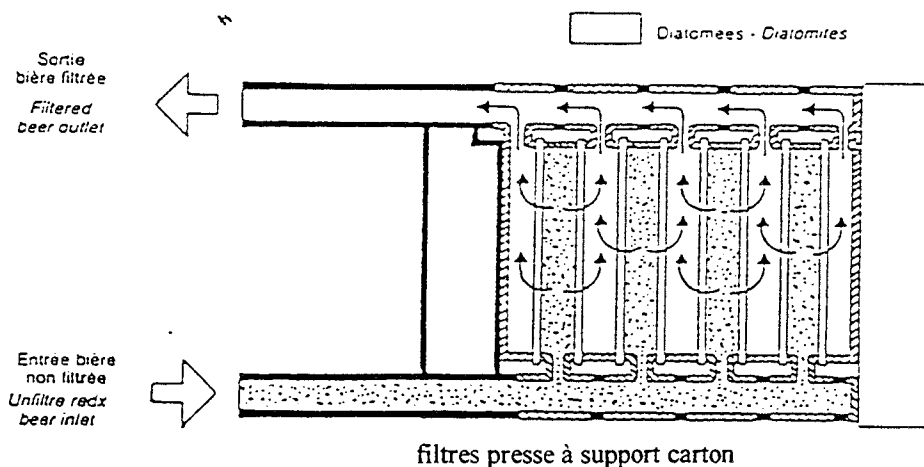


Figure 26 : Les différents types de filtres (document IFBM et Ceca)

La filtration repose essentiellement sur deux grandes étapes (fig. 27) qui conditionnent la qualité et la composition du filtre (CECA, 1996) :

-Mise en précouche. Elle protège les supports de filtre contre un colmatage prématuré, assure la clarification de la bière dès le début de la filtration, et favorise le débatissage. La précouche se fait avec des matériaux ayant une granulométrie plus grossière (diatomite fluxée ou perlite) que ceux utilisés pour l'alluvionnage.

-L'alluvionnage. Il consiste en une incorporation continue de diatomites calcinées dans la bière, au niveau des conduites d'acheminement en amont du filtre. Les diatomites vont se déposer continuellement sur la surface poreuse et constituer le filtre à part entière à travers lequel percole la bière

Afin de ne pas charger les filtres trop rapidement, certaines brasseries effectuent une première filtration par centrifugation. Elle a pour objet d'éliminer une partie de la matière organique, avant le passage final dans le filtre à kieselguhrs.

La diatomite «D2» étudiée par la suite résulte de ce procédé.

L'élimination des kieselguhrs

En moyenne, les brasseries consomment de l'ordre de 0.3 à 0.4 kg de kieselguhr par hectolitre de bière. Pour l'instant, une partie des kieselguhrs usagés sont épandus dans des champs agricoles. Le reste de ces résidus est stocké en décharge, ce qui pose un problème d'environnement (odeur du produit encore humide, nature cancérigène des fines particules de kieselguhr sec, etc.). En 1995, les brasseries luxembourgeoises ont consommé 163 tonnes de kieselguhrs, les belges 3400 tonnes, les allemandes 36000 tonnes, les hollandaises 7300 tonnes et les françaises 6500, soit un total pour ces pays d'environ 54000 tonnes.

3.1.5. Produits de substitution et adjuvants de filtration envisageables dans la filtration de la bière

Le prix élevé des diatomites et les problèmes liés au stockage des produits usagés peuvent inciter les brasseurs vers l'utilisation d'autres adjuvants de filtration, comme la perlite.

La Perlite est un produit de substitution partiel des diatomites. Elle est fabriquée à partir de la roche du même nom, qui est une roche volcanique vitreuse et siliceuse riche en eau connée (environ 2%). Les gisements les plus importants se situent en Amérique, Russie, Grèce et Sardaigne. Le traitement industriel consiste en deux concassages et un bref passage à la flamme, responsable d'une expansion considérable du produit. Le volume final de la poudre est 20 à 30 fois supérieur à celui de la roche initiale.

Mise en précouche

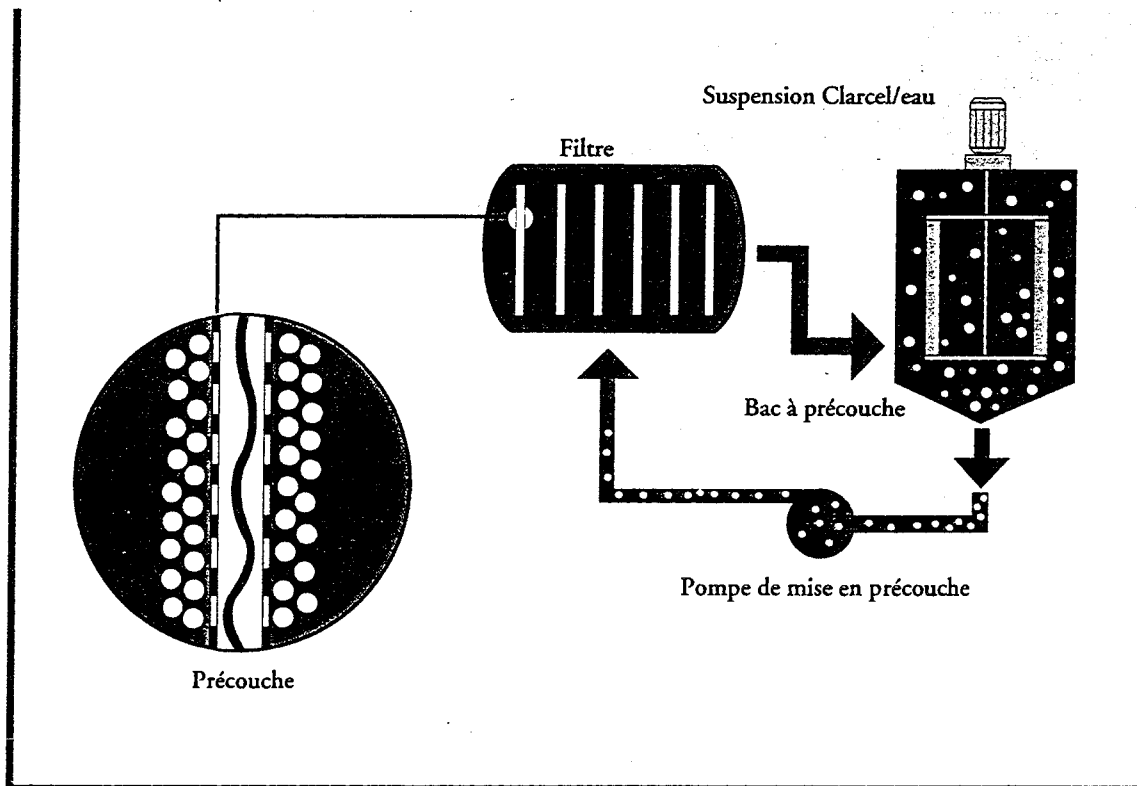


Schéma du principe d'alluvionnage

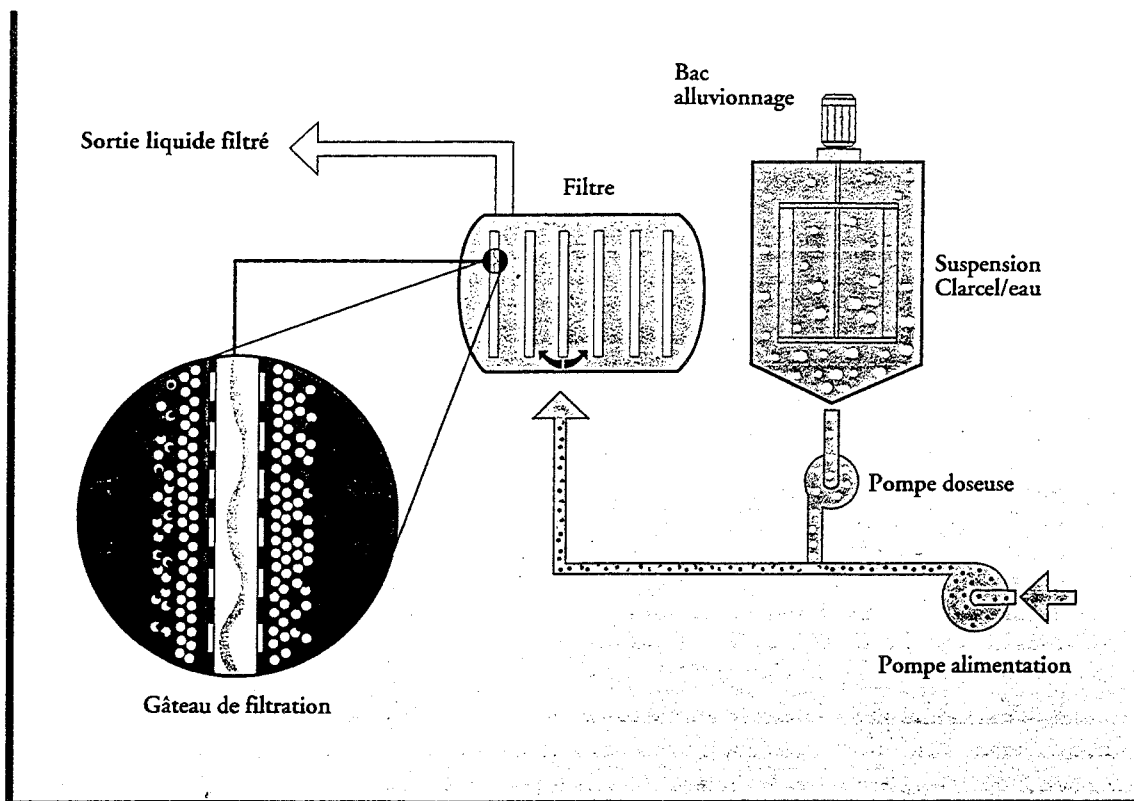


Figure 27 : Les deux étapes de la filtration de la bière (document Ceca)

De par sa perméabilité et sa granulométrie, la perlite s'apparente aux diatomites fluxées, et se retrouve donc utilisée dans la précouche des filtres des brasseries. L'effet filtrant repose sur la structure particulière de la perlite.

Les avantages de l'utilisation des perlites (BATCHAROV et al, 1995) sont les suivants :

- diminution de la montée de la pression au cours du temps, au niveau du filtre ;
- volume humide plus élevé ;
- perméabilité plus élevée ;
- augmentation de la stabilité du gâteau de filtration ;
- amélioration de la clarification ;
- diminution de la consommation en kieselguhrs lors de l'alluvionnage (-30%) ;
- filtration d'une plus grande quantité de bière ;
- amélioration de la durée de vie du filtre.

Elles ont aussi des inconvénients (Batcharov et al, 1995) :

- effet clarifiant inférieur aux kieselguhrs ;
- coût de transport élevé en raison d'une masse volumique très faible ;
- application limitée.

D'autres moyens de substitutions sont possibles (Batcharov et al, 1995) :

Le silica gel, mais il n'a pas une bonne structure pour une filtration efficace. Ce moyen est plus intéressant pour l'absorption des protéines.

La cellulose peut être utilisée comme pré-traitement, mais ne piège pas de manière significative les particules solides en suspension dans la bière.

D'après l'étude précédemment citée, et de l'avis des brasseurs, les diatomites sont le produit le mieux adapté pour la filtration de la bière. Actuellement, il n'existe donc pas réellement de produit de substitution possible.

Seule l'utilisation de perlite en début de filtration permet une amélioration de la technique, mais la perlite ne peut en aucun cas se substituer entièrement aux diatomites.

3.2. PRESENTATION DES KIESELGUHRS DE RECUPERATION ETUDIES

3.2.1. Origine et provenance

La récupération d'échantillons de kieselguhrs usagés fut difficile en raison d'une certaine méfiance des brasseries justifiées par la protection des secrets de fabrication propres à chacune d'entre elles.

Seulement deux kieselguhrs usagés différents ont pu être étudiés. Le premier est un kieselguhr usagé fourni à l'état sec par le LPC du Luxembourg, provenant de la brasserie Desplenter (Belgique) et identifié par le sigle «D1». Le deuxième kieselguhr (identifié par «D2») a été collecté à la sortie des filtres à bougies de la brasserie Jupiler à Liège (Belgique). Lors de l'essai de calcination semi-industriel ces deux brasseries ont de nouveau fourni quelques dizaines de kilogrammes de kieselguhrs prélevés lors du changement des filtres.

3.2.2. Aspect des kieselguhrs en sortie de filtre, teneur en eau et matière organique

Le conditionnement des diatomites et perlite avant leur emploi dans les filtres se fait sous la forme d'une fine poudre de couleur rose saumon ou blanche, mise en sac de 30 kg. A la sortie des éléments filtrants, leur aspect est tout autre puisque le kieselguhr est gorgé d'eau et de matière organique. Sa couleur est un peu plus grisâtre, et son aspect est celui d'une pâte gélatineuse.

Lors du prélèvement du kieselguhr D2 en sortie de filtre, l'échantillon pesait 66 kg. Après séchage à l'étuve à 105°C jusqu'à l'obtention d'une masse constante, l'échantillon ne pesait plus que 21 kg, soit une teneur en eau dépassant 200%.

Des essais de calcination à 500°C ont montré des teneurs en matière organique variables ; les moyennes se situent autour de 20 % pour D1 et 5% pour D2.

3.2.3. Effets de l'incorporation dans des mortiers de diatomites non calcinées

Afin d'observer l'action sur les liants hydrauliques de la matière organique présente dans les kieselguhrs, des gâchées ont été réalisées avec D1 séché à 105°C, non calciné. La masse volumique de ce produit est $\rho_a = 1.9 \text{ g/cm}^3$. Plusieurs «mortiers normaux» (au sens de la norme NF P 15-401) ont été réalisés en gardant un volume de liant constant. Les ajouts de kieselguhrs sont considérés comme liant équivalent au ciment et exprimés en pour-cent du volume total en liant.

Chaque mortier normal a été réalisé en mélangeant 1350 g de sable Afnor, 225g d'eau et 145 cm³ de liant équivalent. Le ciment (CEMI/CPA 52.5, $\rho_a = 3.1 \text{ g/cm}^3$) a été choisi de façon à libérer suffisamment de chaux susceptible de réagir avec les kieselguhrs.

Le premier essai incorporant 10% de kieselguhr a mis en évidence un important effet entraîneur d'air. Le volume total de mortier augmente très fortement et le mélange forme une mousse relativement fluide.

On s'est alors uniquement intéressé à l'évolution de la densité des mortiers frais en fonction de la proportion décroissante de kieselguhr incorporé (10, 5, 2.5, 1.25, 0.6, 0.3%), par comparaison à un mortier témoin. Le tableau et la figure suivants reprennent les résultats.

Tableau 35 : Dosages et densités des mortiers incorporant des diatomites non calcinées.

Dosages	%	10.0	5.0	2.5	1.25	0.6	0.3	témoin
D1	g	27.5	13.8	6.9	3.4	1.65	0.82	---
Ciment	g	404.5	427.0	438.3	443.9	446.80	448.15	450
Eau	g	225	225g	225	225	225	225	225
Sable	g	1350	1350	1350	1350	1350	1350	1350
Densité		1.03	1.16	1.56	1.81	2.06	2.11	2.25

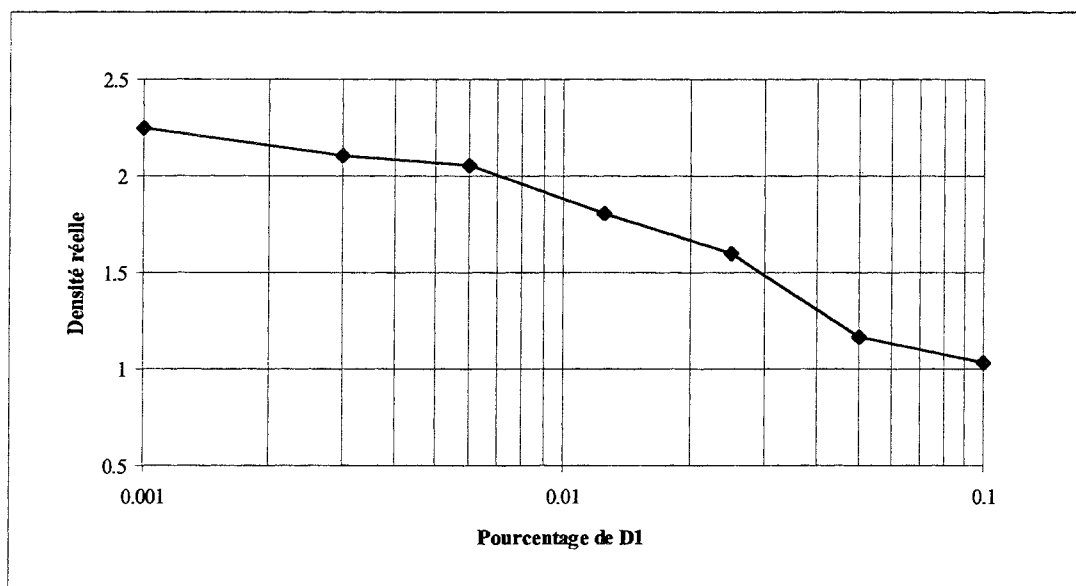


Figure 28 : Evolution de la densité des mortiers incorporant D1 non calcinée.

L'effet entraîneur d'air des kieselguhrs non calcinés, riches en matière organique, se fait ressentir dès une substitution de 0.6%. Auparavant, la baisse de densité constatée est en partie due à la moindre masse volumique des kieselguhrs par rapport à celle du ciment.

Comme avec des adjuvants organiques trop fortement dosés, cet essai confirme qu'au-delà d'un certain seuil, la matière organique est indésirable dans les mortiers et bétons. Il met donc clairement en évidence le fait qu'il sera *indispensable d'éliminer la matière organique* des kieselguhrs usagés, avant de pouvoir les incorporer dans des (mortiers et) bétons courants. Notons toutefois qu'il serait possible de fabriquer des bétons légers avec les produits bruts.

3.2.4. Les différents traitements envisageables

Les résidus organiques contenus dans les filtres sont essentiellement des sucres, des levures (organismes simples unicellulaires), et des résidus organiques légers. Ces molécules organiques assez simples sont relativement faciles à éliminer. Deux solutions sont envisageables :

- la première est une oxydation avec des produits du type eau oxygénée, ou bien une dégradation de la matière organique avec des acides (acide chlorhydrique...). Ces méthodes ont l'inconvénient de produire de nouveaux résidus difficiles à recycler ou à éliminer. Elles risquent même d'avoir d'éventuels effets néfastes sur la réactivité de l'opale. Leur coût serait probablement élevé, d'autant qu'il y aura nécessité d'utiliser des installations spécialisées.

- L'autre solution est une pyrolyse de la matière organique réalisée dans des fours industriels. Ce traitement a l'avantage de dégrader la matière organique principalement sous forme d'eau, de dioxyde de carbone et autres composés volatils, sans produire de grandes quantités de résidus dérivés polluants. Il pourrait être réalisé dans des installations de conception comparable à celle où sont déjà élaborés les diatomites destinées aux filtres. Il peut même être envisageable de réutiliser des fours existants.

C'est cette seconde solution, associée à une réflexion sur le process industriel, qui doit être retenue pour notre étude.

3.3. CALCINATION DES KIESELGUHRS DE BRASSERIES ET REPERCUSSIONS SUR LES PROPRIETES

3.3.1. Perte au feu en fonction de la température et de la durée de la calcination

Les essais ont porté sur des échantillons de kieselguhr D1 et D2 séchés à l'étuve à 105°C.

Les calcinations ont été réalisées dans un four électrique de laboratoire d'environ 6 litres de volume, pouvant atteindre 1200°C. Un creuset en platine d'environ 250 cm³ a été utilisé.

Le traitement a été effectué de façon statique, dans un petit volume confiné et non ventilé. Ces conditions permettent une bonne approche du problème, mais ne reflètent pas celles d'un four industriel.

3.3.1.1 - Perte au feu en fonction de la température de calcination et de la vitesse de montée en température

La relation (2- 2) permet de calculer La perte au feu (cf. § 2142).

Les montées en température ont été effectuées tout d'abord avec des paliers lents (100°C chaque 12 heures), puis avec des paliers rapides (200°C chaque 2 heures), sur des échantillons de 40 à 45g. A chaque palier de température, une pesée de l'échantillon encore chaud permet d'évaluer la perte de masse. Elle est essentiellement causée par la pyrolyse de la matière organique.

Les résultats présentés figure 29 concernent uniquement le kieselguhr D1.

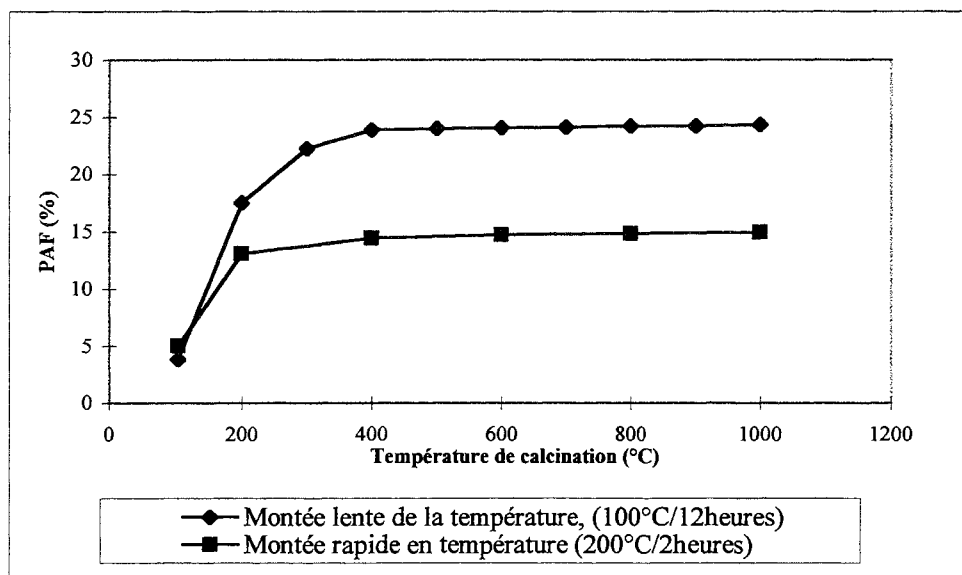


Figure 29 : Perte au feu des kieselguhrs en fonction de la température, et de la vitesse de montée en température

On constate tout d'abord qu'entre les échantillons d'un même kieselguhr, la teneur en matière organique varie sensiblement (entre 15 et 25% pour les courbes présentées). Il en est forcément de même entre kieselguhrs de différentes origines, puisque le kieselguhr D2 a une teneur en matière organique proche de 5% (courbe non reproduite). Ces différences s'expliquent d'une part par la situation du prélèvement dans le filtre, et d'autre part par la technique de filtration propre à chaque brasserie.

L'allure des courbes montre que l'on atteint une stabilisation très nette de la masse à partir de 400°C (fig. 29). La perte de masse la plus significative a lieu entre 100 et 400°C et correspond à une calcination massive de la matière organique. Entre 400 et 500°C la variation de masse est encore légèrement sensible et correspond à la calcination des produits les plus réfractaires. Au-delà de 500°C les variations de masse sont infimes.

Ces constatations se corrélaient bien avec les observations visuelles, et notamment les changements de couleurs du produit (D1 et D2). Dès les premières minutes passées à une température de 200°C ou plus, l'échantillon dégage beaucoup de fumée. Traité à une température comprise entre 200 et 300°C, il devient noir. La couleur est causée par les cendres de la matière organique calcinée. Entre 400 et 500°C les diatomites retrouvent une couleur rose, plus prononcée que celles de départ (en sortie de filtre). Dans cette zone de température, les cendres doivent subir une pyrolyse. Au-delà de 500°C, la couleur rose des kieselguhrs ne fait que s'intensifier pour retrouver la couleur du produit neuf.

Ainsi, il peut être établi une échelle de correspondance entre la couleur de l'échantillon et sa pureté finale, fonction de la température de traitement.

3.3.1.2 - Perte au feu en fonction de la durée de la calcination (température constante de 300 ou 500°C).

Pour évaluer la vitesse à laquelle s'opère la calcination, deux échantillons de kieselguhr D1 ont été calcinés plusieurs heures à température constante (300°C pour l'un, et 500°C pour l'autre). Ils ont, à priori, des teneurs en matière organique identiques car ils proviennent de la même motte de kieselguhr séché. Des mesures de masse destinées à calculer la perte au feu ont été régulièrement réalisées pour mettre en évidence l'avancement du traitement.

A 300°C, comme à 500°C, la perte de masse a essentiellement lieu dans la première demi-heure du traitement (fig. 30), avec le départ de plus des 3/4 de la matière organique totale. On remarque également que la calcination à 300°C donne une perte au feu légèrement inférieure à celle obtenue à 500°C.

Le kieselguhr D1 (20% de matière organique) calciné directement à 500°C s'enflamme au bout de quelques secondes.

Dans les deux cas de figure, les variations deviennent très faibles après deux heures et demie de traitement. Il s'agit donc de la durée de traitement que l'on peut considérer comme optimale dans nos conditions expérimentales.

A 300°C, la couleur des kieselguhrs calcinés passe d'un gris très foncé à un gris foncé en l'espace de 4 à 5 heures. Avec le traitement à 500°C, l'éclaircissement de la couleur au -delà

de deux heures de calcination est plus subtil, mais existe tout de même. Les matières organiques les moins volatiles et certaines cendres se calcinent lentement et provoquent ces petits changements de couleur.

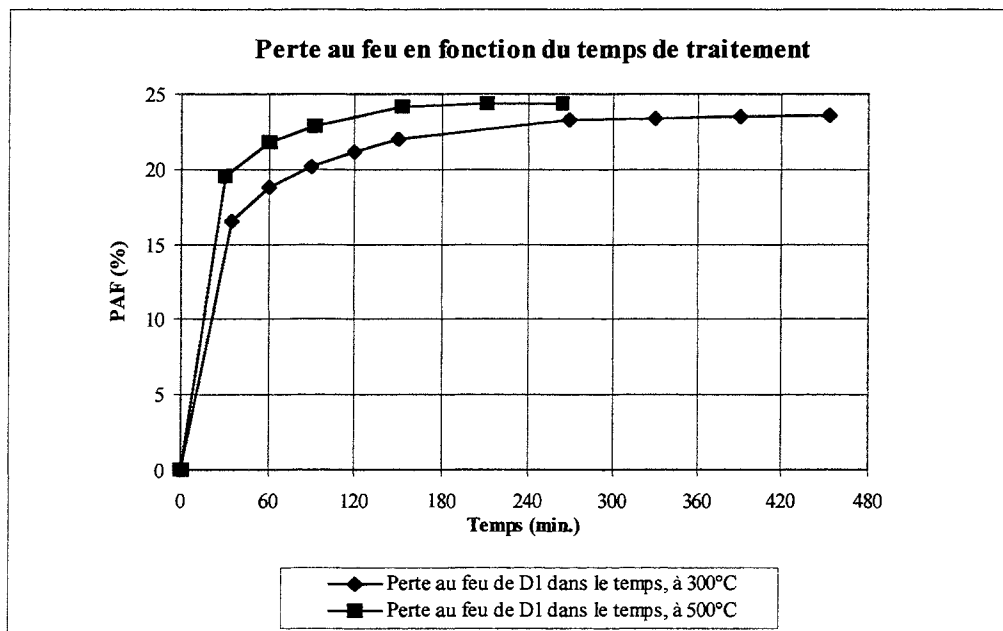


Figure 30 : Pertes au feu dans le temps (températures constantes).

Deux échantillons de kieselguhr D1 préalablement calcinés à 300°C ou à 500°C, durant 2.5 à 3 heures, ont subi une nouvelle perte au feu à 1000°C. Le but était de mesurer comparativement l'efficacité d'une calcination à 300 ou à 500°C. Les valeurs de perte au feu sont les suivantes :

- PAF à 1000°C (2h 1/2), sur D1 calcinée 2,5 à 3 heures à 500°C : 1.64%
- PAF à 1000°C (2h 1/2), sur D1 calcinée 2,5 à 3 heures à 300°C : 2.71%

Les variations sont faibles et confirment les conclusions précédentes. La calcination à 300°C est aussi rapide que celle à 500°C mais élimine un peu moins de matière organique et de cendres résiduelles.

3.3.1.3. - Discussion

Ces expériences en four statique montrent que la matière organique présente dans les filtres de diatomites usagées réagit très rapidement et à température modérée. Pour obtenir un produit ne contenant quasiment plus de matière organique, un traitement (à 300 ou 500°C) durant deux heures et demie à trois heures est nécessaire. Une étude de la calcination (Craft, 1996) des diatomites naturelles effectuée par le biais d'une EAD (cf. § 461) montre que la pyrolyse de la matière organique s'effectue vers 276°C. Même s'il ne s'agit pas d'une matière organique identique, cette donnée corrobore nos résultats.

En conditions industrielles, on peut penser que la réaction serait bien plus rapide. Deux facteurs peuvent y contribuer très largement : le brassage des kieselguhrs et la présence d'oxygène, occasionnée par un flux d'air, ne peuvent qu'accélérer la calcination.

En effet, au cours du traitement des kieselguhrs on remarque que la calcination s'opère de la zone au contact de l'air pour s'enfoncer progressivement au cœur de l'échantillon.

3.3.2. Evolution de la densité en fonction de la température

Des mesures de masse volumique absolue [norme P 18-558] réalisées au pycnomètre sur des kieselguhrs calcinées à différentes températures montrent que celle-ci s'accroît avec la température de calcination (tab. 36).

Tableau 36 : Masse volumique absolue (t/m^3) des kieselguhrs D1 et D2 en fonction de la température de traitement.

	105°C	300°C	500°C	1000°C
D1	1.91	2.25	2.06	2.27
D2	2.15	2.27	2.24	-

Pour les températures de calcination de 105°, 300° et dans une bien moindre mesure 500°C, il faut cependant tenir compte du fait que la présence de lamatière organique ou de ses cendres qui influencent la masse volumique générale de l'échantillon. Pour des températures importantes, 1000°C, ce sont les recristallisations et donc les changements de polymorphes de la silice qui sont responsable de l'évolution de la masse volumique.

On peut penser que l'échantillon traité à 500°C est le plus représentatif de la masse volumique du kieselguhr.

3.3.3. Evolution de la demande en eau

La demande en eau des kieselguhrs a été mesurée suivant deux méthodes. La première, notée Wd, correspond à la quantité d'eau juste nécessaire pour former une pâte lisse dans le malaxeur (Sedran, 1999). On verra par la suite que cette méthode permet également de déterminer la compacité des fillers (cf. § 53). La seconde, habituellement pratiquée, notée Wdv, correspond à la quantité d'eau nécessaire pour obtenir une pâte de consistance normale, définie par un enfoncement de 34mm +/-1mm avec l'appareil de Vicat muni de la sonde de consistance.

L'essai est réalisé avec de l'eau distillée.

La demande en eau se calcule par la relation :

$$Wd(\%) \text{ ou } Wdv(\%) = 100 * (Mw/Ms) \quad (3- 1)$$

où : Mw est la masse d'eau ajoutée aux diatomites,
Ms est masse de diatomites utilisées pour l'essai.

On constate (tab. 37) que les deux types de demande en eau ont des valeurs assez proche et qu'elles diminuent avec la température de traitement des kieselguhrs.

Tableau 37 : Demande en eau en fonction de la température de traitement des kieselguhrs D1 et D2.

Echantillons	Wd	Wdv
D1	105°C	1.23
	300°C	1.32
	500°C	1.03
	1000°C	0.86
D2	105°C	1.38
	300°C	1.42
	500°C	1.46
	1000°C	1.26

On observe globalement une diminution de la demande en eau des kieselguhrs lorsque la température de calcination augmente.

Comme pour les mesures de masse volumique du paragraphe précédent, il est également nécessaire de tenir compte de l'influence de la matière organique sur les valeurs obtenues. La matière organique a effectivement tendance à absorber de l'eau et donc faire augmenter la valeur de la demande en eau. Aux basses températures de traitement (105 et 300°C notamment), la tendance observée est très certainement accentuée.

3.3.4. Evolution minéralogique

Des analyses par diffractométrie des rayons X (cf. § 213) ont été effectuées sur le kieselguhr D1 calciné à différentes températures (300°C, 500°C et 1000°C). Le but était de rechercher les transformations minéralogiques susceptibles de se produire avec la température. Les diffractogrammes correspondants sont regroupés sur la figure 31.

Dès 105°C on remarque la présence de deux pics au droit des angles $2\theta = 27.5^\circ$ et 34° . Le pic de diffraction centré à 27.5° indique la présence de cristobalite dans le produit initial et montrent qu'une partie des diatomites a déjà été traitée industriellement à haute température en présence d'un fondant (diatomites fluxées). Le second pic est caractéristique de la présence de quartz.

Les pics restent faibles sur les diffractogrammes des produits retraités jusqu'à 500°C. A 1000°C le pic de la cristobalite s'intensifie fortement indiquant une recristallisation de l'opale en cristoballite.

Parallèlement, ces diffractogrammes présentent le bombement caractéristique de l'opale centré à 27° (Gaboriau et al., 1996). Il est bien marqué jusqu'à 500°C et s'atténue à 1000°C. Ce phénomène résulte, comme précédemment, de la recristallisation de l'opale des frustules de diatomées en cristobalite.

Hormis des traces de quartz, aucune autre phase cristallisée n'apparaît dans ces échantillons. Le quartz a une origine géologique.

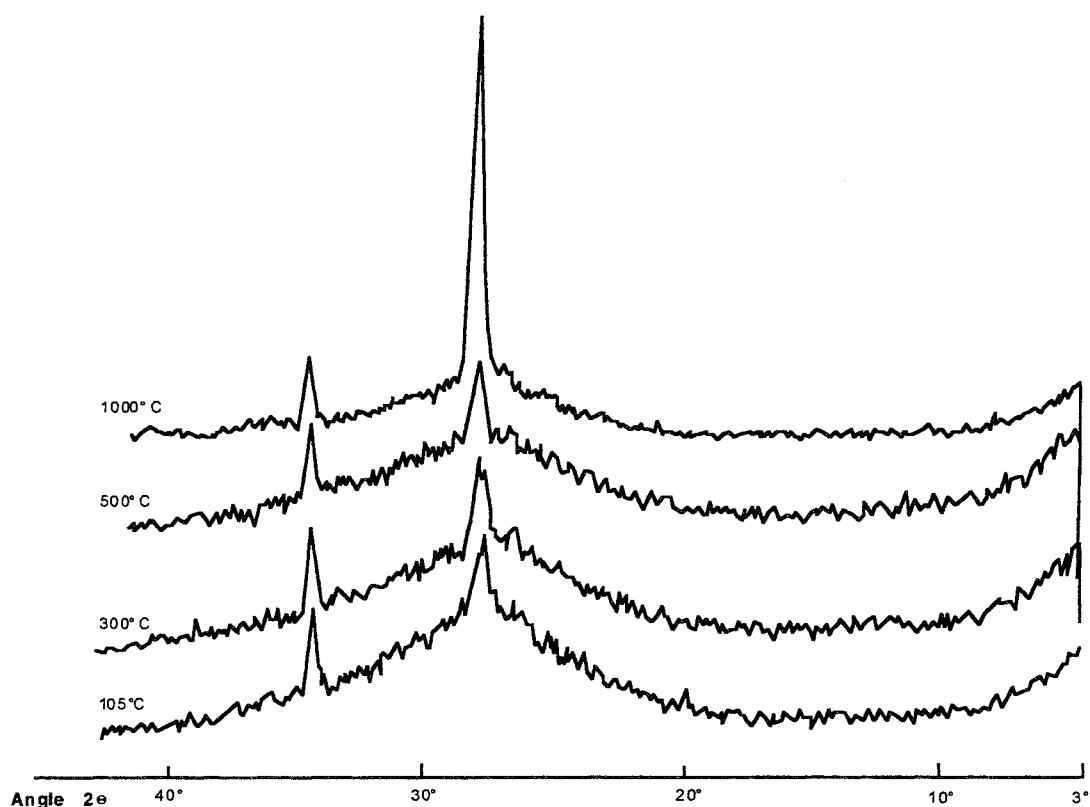


Figure 31 : Diffractogrammes du kieselguhr D1 porté à différentes températures.

Les résultats précédents montrent donc qu'en dessous de 500°C le retraitement n'engendre pas de modification minéralogique notable même s'il est probable que l'opale subisse quelques modifications structurales. On s'aperçoit également qu'une calcination à 1000°C, plus coûteuse, serait préjudiciable aux propriétés des kieselguhrs que l'on veut exploiter, car on fabrique alors des grains de cristobalite. Cette phase cristallisée a des propriétés pouzzolaniques moins développées que celles de l'opale des frustules de diatomées (cf. chapitre 4).

Une température de calcination de l'ordre de 500°C semble être un bon compromis entre une élimination efficace de la matière organique et le maintien des phases minérales initialement présentes dans les matériaux industriels. Elle permet, en effet, de ne pas dépasser les températures des traitements industriels au-delà desquelles on pourrait éventuellement s'attendre à des modifications minéralogiques.

3.3.5. Evolution de la granularité

Les courbes granulométriques des échantillons de kieselguhrs D1 traités à 105°C, 500°C, et 1000°C ont été déterminées avec un granulomètre Laser (fig. 32 ci-après) fonctionnant sur le principe de la diffraction.

En effet, pour obtenir des données fiables certains auteurs (Kumiko et al., 1992) ont montré expérimentalement qu'il fallait faire attention à utiliser un granulomètre Laser qui fonctionne sur le principe de la diffraction et non pas celui de l'électrozone.

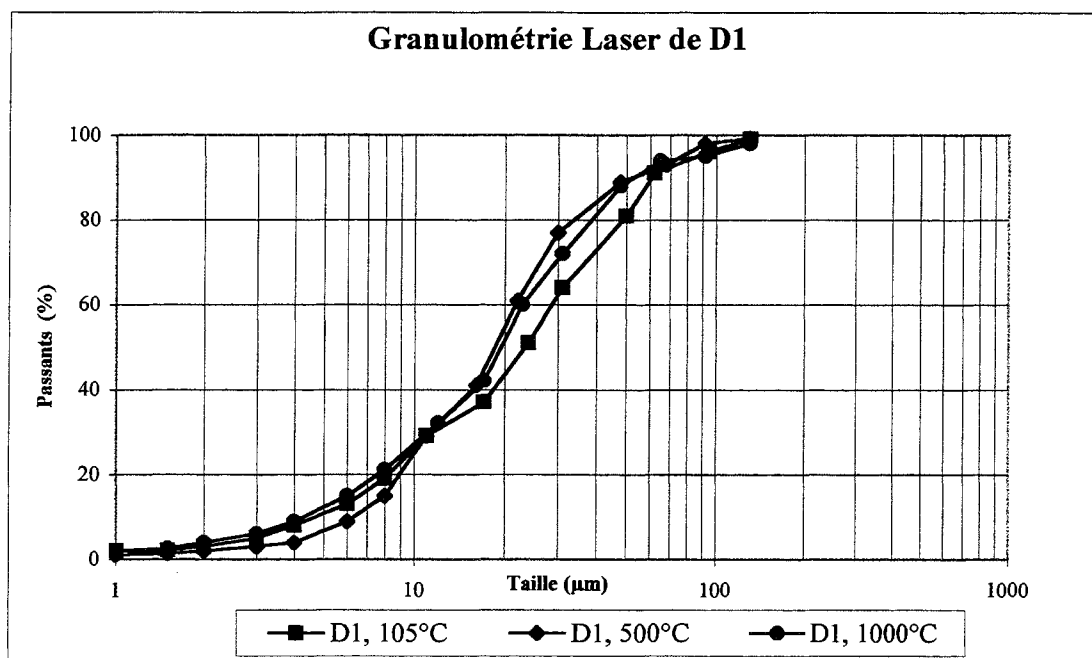


Figure 32 : Evolution de la granularité de D1 avec la température de traitement

On constate que les trois courbes granulométriques sont sensiblement les mêmes et que dans nos conditions de températures de calcination inférieures à 1000°C (sans fondant), il n'y a pas lieu de conclure à un changement notable de la granularité. Ce résultat n'est pas surprenant dans la mesure où l'on retraits des produits qui ont déjà subis des températures de calcination comparables lors de leur élaboration industrielle

3.3.6. Analyses complémentaires sur les conséquences de la calcination à 500°C

L'analyse détaillée de la réactivité et donc de la pouzzolanité des kieselguhrs usagés et de leurs différents composants fait entièrement l'objet du chapitre suivant (cf. chapitre 4).

Plusieurs paramètres ont été étudiés en détail et ont également permis, en marge des principaux résultats, de s'intéresser aux conséquences de la calcination à 500°C. Les détails figurent donc dans le prochain chapitre, mais afin de regrouper les diverses informations concernant les conséquences de la calcination, on reprend dans ce paragraphe les conclusions qu'il y a lieu de tirer ici.

3.3.6.1 - Au niveau de la morphologie (MEB)

Des échantillons industriels neufs de diatomite calcinée (Clarcel CBL), diatomite fluxée (Clarcel Dic/B) et une perlite (Perlite) ont subi une calcination à 500°C durant 3 heures. Les conditions étaient identiques à celles précédemment (cf. § 334).

Des vues ont ensuite été réalisées sur ces échantillons traités, et n'ont montré aucune différence par rapport aux échantillons neufs. Ceci montre que la calcination destinée à détruire la matière organique est sans conséquence sur le matériau lui-même.

3.3.6.2 - Au niveau de la minéralogie des produits neufs

Comme dans le paragraphe précédent (§ 334), des diffractogrammes ont été effectués sur les échantillons neufs ayant subi une calcination. On arrive à la même conclusion que précédemment, puisque les diffractogrammes des produits traités sont rigoureusement identiques à ceux des produits neufs.

3.3.7. Conclusion

Toutes les calcinations en four statique de laboratoire ont été réalisées sur des kieselguhrs usagés préalablement séchés grâce à un passage à l'étuve à 105°C. Les différents essais ont montré que la perte de masse la plus significative s'effectue pour des températures comprises entre 105 et 400°C. Au delà de 400°C, la majeure partie de la matière organique ayant été calcinée, les pertes de masse deviennent faibles. L'étude de la cinétique de la calcination indique que la matière organique réagit rapidement quelle que soit la température des traitements envisagés (300 ou 500°C). Dans la première demi-heure du traitement, environ 75% des résidus ont été éliminés et on peut considérer que la réaction ne progresse plus au-delà de 2.5h à 3 heures.

Le traitement optimal doit donc s'effectuer pour une température voisine de 500°C durant (dans nos conditions expérimentales) 2.5 à 3 heures.

Ce traitement thermique a peu de conséquences sur les propriétés des kieselguhrs tels qu'ils sont utilisés dans les filtres des brasseries. Avec une température de calcination croissante, la masse volumique augmente légèrement et la demande en eau diminue, mais ces phénomènes peuvent être en partie causés par la matière organique (jusqu'à 500°C). Des transformations minéralogiques ont lieu pour la température de traitement de 1000°C et pas avant (température d'étude de 500°C). Il ne faut cependant pas oublier que ces différents produits industriels ont déjà subi un traitement industriel de l'ordre de 700 à 800°C, voire plus. La granulométrie de trois échantillons traités à 105, 500 et 1000°C n'évolue pas de façon significative. Des analyses spécifiques menées sur des produits neufs traités durant 3 heures à 500°C montrent également que la pouzzolanité, la granularité et la microstructure des grains ne sont pas modifiés.

Le traitement retenu est donc une calcination de 500°C durant 2.5 à 3 heures. Il constitue une solution intéressante qui permet d'éliminer la majeure partie de la matière organique sans modifier les propriétés du produit.

3.4. RETRAITEMENT DES KIESELGUHRS POUR LES BETONS EXPERIMENTAUX

Le procédé de retraitement précédemment défini, on a recherché à retraiter quelques dizaines de kilogrammes de kieselguhrs en vue de leur incorporation dans les futurs bétons expérimentaux. Environ 100kg (masse humide en sortie de filtre) de chaque kieselguhr D1 et D2 ont été fournis par les brasseries respectives et confiés à un des partenaires industriels, chargé d'assurer le retraitement par le biais d'une société belge. Le choix de cette société était lié à ses possibilités techniques de calciner des kieselguhrs suivant les critères définis.

La réalisation d'un tel essai à titre expérimental est difficile pour de multiples raisons dont :

- l'utilisation d'installations industrielles non prévues à cet effet ;
- les conditions expérimentales qui nécessitent dans de nombreux cas l'arrêt provisoire des équipements pour effectuer un nettoyage avant les essais, voire même après ;
- la méfiance du milieu industriel.

En dépit de plusieurs demandes, la société belge qui a accepté le traitement n'a pas autorisé notre présence lors des essais et a fourni très peu de renseignements quant au matériel utilisé (probablement un four de centrale à enrobés). Les renseignements sur les conditions opératoires sont inexistantes.

Le retraitement s'est finalement avéré peu concluant car le taux de matière organique des deux produits traités était proche de celui mesuré en sortie de filtres (cf. §3.2.2). De plus, la majeure partie des kieselguhrs a été perdue, seulement 5 kg de chaque kieselguhr a été recueilli (sur une centaine de kilos humides que comptait l'échantillon initial).

Au vu du peu de renseignements, on peut en conclure que le temps de traitement ne fut pas assez long. Il a juste permis de sécher les produits et d'amorcer un début de calcination de la matière organique. D'autre part le flux d'air dans le four et l'absence de précautions quant à la grande volatilité du produit sec explique peut être l'importante perte de produit.

Par manque de temps pour entamer la recherche de nouveaux partenaires industriels, il a finalement été décidé de calciner les kieselguhrs par petites quantités avec le matériel utilisé pour l'expérimentation (cf. § 331). Afin d'accélérer le processus de retraitement, une boîte métallique a été fabriquée pour calciner les kieselguhrs par doses de 400 grammes.

Vingt kilogrammes (masse sèche) de kieselguhr D2 et quatre kilogrammes de kieselguhr D1 ont ainsi été produits. Ils sont identifiés par les appellations D2-500°C et D1-500°C.

3.5. REFLEXIONS SUR L'ELABORATION D'UN PROCESS INDUSTRIEL

Le but de ces essais était d'envisager une application des résultats dans le domaine industriel. Dans ce paragraphe, on se propose essentiellement de présenter deux procédés susceptibles de convenir pour le retraitement à grande échelle des kieselguhrs usagés, et d'envisager certains moyens à mettre en œuvre. Une étude de faisabilité rigoureuse devra automatiquement intégrer des données économiques et des choix au niveau de la législation (susceptible de changer prochainement) et de l'industrie.

3.5.1. Aspect législatif

La loi du 13 juillet 1992 fixe qu'à partir du 1er juillet 2002, les décharges n'auront l'autorisation d'accueillir que des déchets ultimes. Le but étant de favoriser les filières de valorisation et de limiter les mises en décharge. Le prix de la tonne mise en décharge est actuellement d'environ 220F/tonne (donnée : 1997).

Comme on vient de l'évoquer précédemment, les kieselguhrs pourraient être prochainement classés parmi les produits dangereux pour la santé. L'inhalation trop fréquente de ces fines particules siliceuses pourrait entraîner des maladies respiratoires.

3.5.2. Aspect technique : séchage et calcination des produits

- Procédé de séchage par vapeur d'eau sous pression avec compression mécanique des vapeurs (Jolibert, Aime, 1994).

Le produit est séché dans un flux de vapeur surchauffée à moyenne pression, qui sert d'élément porteur. L'humidité du produit s'évapore dans la vapeur porteuse jusqu'à ce que celle-ci soit pratiquement saturée. Le produit sec est extrait de la vapeur par un cyclone. Quant à la vapeur, elle est recyclée (fig. 33).

L'entretien d'un tel système est simplifié par le fait que la vapeur sert au transport des produits. De plus, 80% de l'énergie de la vapeur est récupérée, la consommation énergétique est donc très réduite, de l'ordre de 250kWh/t d'eau évaporée.

- Le procédé Spin Flash (APV, 1993).

Ce procédé de séchage est à la fois mécanique et thermique. Le produit humide tombe dans une chambre de séchage à l'intérieur de laquelle des pales en rotation fragmentent les morceaux. Un flux d'air chaud est injecté tangentielle à la chambre et va créer un tourbillon ascendant qui sèche et entraîne les fines particules en partie haute de celle-ci. Elles sont alors évacuées (fig. 34).

Les caractéristiques principales de ce procédé sont :

- Taille moyenne des particules traitées de 20 à 60 μ m ;
- Capacité de traitement jusqu'à 15 tonnes/heure ;
- Température de séchage jusqu'à 1000°C ;
- Matériaux d'alimentation allant des pâtes et liquides visqueux jusqu'aux granulés.

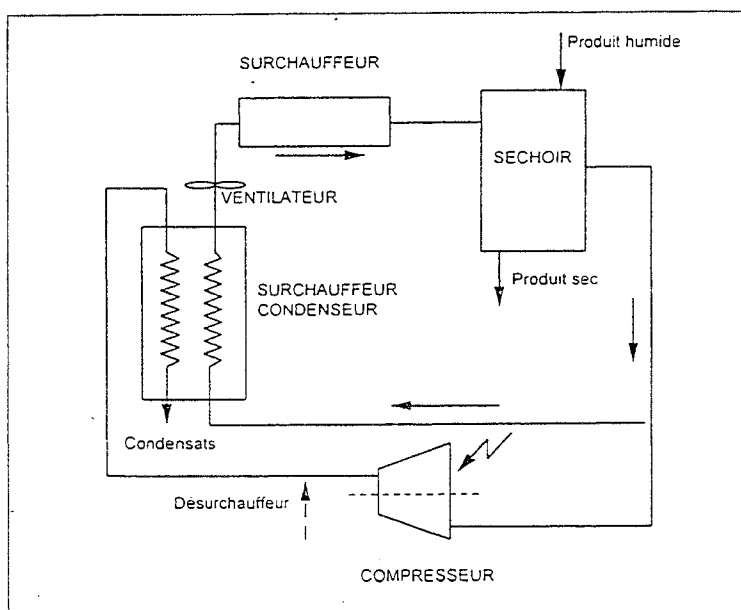


Figure 33 : Séchage par vapeur d'eau sous pression

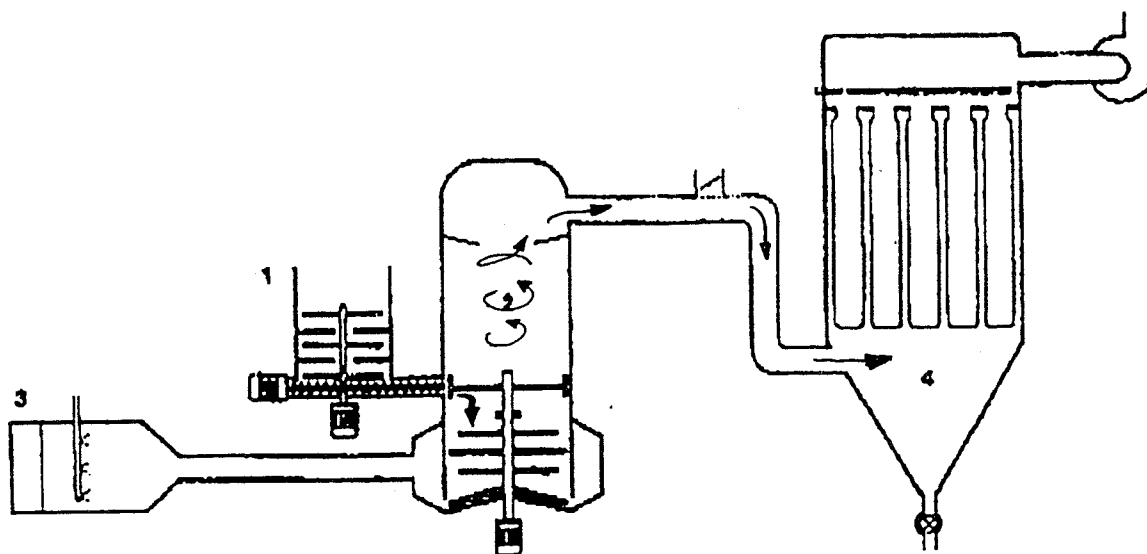


Figure 34 : Procédé Spin Flash (document APV)

3.5.3. Solutions envisageables

L'obtention de kieselguhrs recyclés nécessite deux grandes étapes qui sont la collecte des produits usagés et leur traitement. Elles peuvent être totalement indépendantes ou partiellement imbriquées.

La collecte et le transport des kieselguhrs usagés

A ce niveau, les problèmes essentiels sont la forte teneur en eau des produits et la dissémination géographique des brasseries. Le problème des quantités de produits disponibles se pose moins dans la mesure où les volumes incorporés par mètre cube de béton sont relativement faibles.

En sortie de filtre des brasseries, les kieselguhrs peuvent être sous forme de gâteaux humides (utilisation d'un filtre presse) ou sous forme de boues ayant des teneurs en eau de l'ordre de 150 à 200% (utilisation de filtres à bougies,...). Seul le filtre presse à support cartonné est susceptible de fournir ce second type de produit relativement sec.

Il paraît économiquement aberrant de transporter des produits avec une teneur en eau proche de 150 à 200%. L'acheminement des produits doit donc être effectué soit sous forme humide (après essorage ou décantation) dans des conteneurs étanches classiques soit sous forme de poudre sèche en cuve hermétique (du type du transport des poudres, farine, ciments).

Un essorage sur le site de production peut se faire mécaniquement, avec un filtre presse, ou de façon plus économique, mais aussi plus contraignante, par décantation. Cette deuxième solution consiste à laisser décanter la suspension de kieselguhrs fraîchement évacuée du filtre. Au bout de quelques jours, il est ainsi possible de séparer deux phases qui sont l'eau et un culot très compact de kieselguhrs. Malgré tout la teneur en eau est encore importante (130 %

au bout de 10 jours, obtenu sur un échantillon mis à décanter au laboratoire) et se situe certainement très au-delà de ce que l'on pourrait obtenir avec un filtre-pressé.

La fin du séchage et la calcination peuvent ensuite se faire dans un même four sur un lieu de production fixe.

Une autre possibilité est envisageable et consiste à sécher directement les kieselguhrs sur place en utilisant le procédé spin-flash développé par la société APV (cf. § 352). Ce type de sécheur a l'avantage de pouvoir être installé en grosses unités fixes ou en plus petites, mobiles. Un aspect très intéressant de cet appareil est sa capacité à générer un flux d'air d'une température telle (jusqu'à 1000°C), que l'on peut réfléchir aux possibilités de l'utiliser comme incinérateur moyennant quelques modifications.

Le traitement des kieselguhrs

Le procédé de retraitement des kieselguhrs que nous envisageons est confronté à certains problèmes de mêmes natures que ceux abordés par le traitement industriel des diatomites. Parmi ces problèmes on pourra noter :

- l'élimination de la teneur en eau (60 à 70% pour les diatomites naturelles)
- l'élimination de matière organique
- un process industriel et un éventuel conditionnement hermétique

Si les kieselguhrs collectés sont encore chargés d'humidité, on doit pouvoir envisager la fin de leur séchage dans le four destiné à la calcination de la matière organique. Les fours qui assureront les meilleurs rendements de retraitement sont ceux qui pourront assurer à la fois un malaxage des kieselguhrs et un apport d'oxygène pour accélérer la combustion.

Comme cela vient d'être évoqué un peu plus haut, les sécheurs développés par la société APV pourraient être susceptibles d'assurer la calcination des kieselguhrs.

Indépendamment du type de four utilisé, deux problèmes essentiels vont encore se poser. La forte volatilité du produit lorsqu'il est sec et son côté nocif pour la respiration, obligeront l'utilisation de canalisations hermétiques. D'autre part, l'abondance des fumées et leur forte odeur âcre rendront nécessaire un traitement avant tout rejet atmosphérique.

Orientations nécessaires

Pour mener à bien une réflexion plus poussée, il nous manque deux données de première importance :

Le classement des kieselguhrs parmi les produits dangereux pour la santé. Ce classement en catégorie R45 obligerait les brasseries à financer l'élimination de leurs kieselguhrs usagés à un tarif plus élevé qu'une simple mise en décharge, ce qui permettrait de faire diminuer d'autant le prix de revient des kieselguhrs recyclés.

Le domaine d'application des kieselguhrs dans les bétons. L'incorporation des kieselguhrs peut être généralisée dans certaines catégories de béton, pour les propriétés qu'ils apportent aux bétons ou simplement pour éliminer un déchet, ou dans des formules de bétons bien

spécifiques. Suivant le cas, les besoins en kieselguhrs recyclés ne sont pas les mêmes. On verra au chapitre 6 qu'une solution appréciable consiste à incorporer environ 30kg (sec) de kieselguhrs recyclés par mètre cube de béton.

Enfin, le choix définitif des procédés et lieux de traitement (brasseries ou site de retraitement), comme le mode de transport, ne peut se faire que parallèlement à une étude économique très précise apte à donner les coûts de revient respectifs de chaque solution. Il reste alors à les confronter à une étude de marché réalisée encore plus en amont.

3.6. CONCLUSION

Les diatomites sont des roches formées par l'accumulation de squelettes siliceux de micro-organismes. En raison de leur très grande finesse, elles sont employées dans de très nombreux domaines, notamment dans l'industrie agro-alimentaire ou elles servent d'adjuvant de filtration. Dans les brasseries, les filtres à kieselguhr se caractérisent par un mélange de diatomites calcinées et de diatomites fluxées (diatomite calcinée à forte température en présence d'un fondant) auxquelles on ajoute fréquemment une petite proportion de roche volcanique fragmentée, la perlite. Les diatomites calcinées sont presque exclusivement formées d'opale et de quelques traces de quartz, tandis que dans les diatomites fluxées, la calcination à haute température a transformé l'opale en cristobalite. La perlite correspond à un verre volcanique riche en silice, successivement broyé puis expansé pour servir de produit filtrant. Ces trois types de produits sont utilisés à divers stades de la filtration, en raison de leurs propriétés filtrantes différentes, elles-mêmes liées aux propriétés physiques.

Les diatomites calcinées ont une forte porosité intraparticulaire, et une porosité interparticulaire plus faible, alors qu'il s'agit de l'inverse pour les diatomites fluxées. La perlite se rapproche des diatomites fluxées.

Le stockage des kieselguhrs usagés est, et sera, de plus en plus réglementé, mais leur utilisation demeure incontournable car les moyens de substitutions existant à l'heure actuelle sont bien moins efficaces. Le retraitement et l'élimination des kieselguhrs paraît donc être une solution d'autant plus intéressante.

Les filtres usagés sont gorgés d'eau et de matière organique. Des mortiers expérimentaux incorporant de tels kieselguhrs simplement séchés ont montré qu'il se produit rapidement un effet entraîneur d'air néfaste causé par la matière organique. Il est donc indispensable d'éliminer cette dernière pour une utilisation des kieselguhrs dans le cadre de bétons courants.

Il est néanmoins possible d'exploiter volontairement cet effet entraîneur d'air pour réaliser des mortiers ou des bétons légers mécaniquement peu sollicités ayant certaines propriétés isolantes ou phoniques.

Parmi les différentes techniques envisageables la calcination des kieselguhrs paraît être la méthode la plus simple et la mieux adaptée. On montre expérimentalement qu'une calcination à 500°C pendant 2.5 à 3 heures permet d'éliminer la quasi totalité de la matière organique colmatée dans les kieselguhrs, sans modifier les caractéristiques de ces derniers. Seuls des

paramètres comme la masse volumique et la demande en eau semblent varier légèrement suivant la température de calcination. La morphologie et la minéralogie des produits demeurent inchangées.

Ce retraitement est donc celui qui a été utilisé pour éliminer la matière organique des kieselguhrs usagés, incorporés dans les bétons expérimentaux.

Dans un cadre industriel, cette technique de revalorisation des kieselguhrs peut être envisageable et aura à résoudre certains problèmes, principalement le transport, le séchage et la calcination des produits. Dans ce but, on a recensé quelques procédés susceptibles de convenir (séchage par vapeur d'eau sous pression, procédé spin Flash) en envisageant différents schémas de retraitement. Cependant le choix définitif d'un process industriel ne peut être effectué sans prendre en compte le côté financier d'une telle opération.

La faisabilité économique dépend également de la législation en vigueur et de ses modifications probables.

La deuxième étape de l'étude des kieselguhrs va dorénavant consister en une caractérisation des différents produits, notamment en mesurant leur réactivité vis à vis des liants hydrauliques (chapitre 4).

4. IDENTIFICATION ET REACTIVITE DES KIESELGUHRS EN PRESENCE DE LIANTS HYDRAULIQUES

Dans le chapitre précédent, on a vu que les kieselguhrs recyclés susceptibles d'être incorporés dans des bétons résultent systématiquement d'un mélange de trois produits différents. Dans le présent chapitre, on s'intéresse donc à la caractérisation de ces trois classes de produits, prises indépendamment. Cette étude sera donc essentiellement menée **sur des produits industriels neufs**.

On cherche d'abord à caractériser les propriétés minéralogiques, morphologiques et physiques, essentielles pour le calcul des formules effectives des mortiers (cf. § 45) et bétons (cf. chapitre 6) ou pour la formulation théorique (chapitre 5). En outre, certaines de ces caractéristiques sont directement en rapport avec la réactivité pouzzolanique potentielle des produits.

Une des caractéristiques essentielles qui nous intéresse est le degré de réactivité de ces poudres dans des liants hydrauliques mais aussi les conséquences éventuelles sur les temps de prise ou les réactions d'hydratation. On détermine la réactivité par le biais de différentes approches, physico-chimiques, mécaniques et chimiques.

La confrontation de l'ensemble de ces résultats doit finalement permettre de définir un protocole expérimental capable de caractériser un kieselguhr en vue de son incorporation dans des formules de bétons.

4.1. REACTIVITE DES KIESELGUHRS : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

4.1.1. Réactivité de l'opale en milieu basique

Des études ont été réalisées sur le comportement des diatomites dans un milieu de basicité proche de celui des ciments et bétons (Gaudon et al., 1997). Les diatomites utilisées étaient très pures, composées à 90% de frustules siliceuses de diatomées de 10µm. La poudre, essentiellement formée d'aggrégats, avait une granulométrie comprise entre 20 et 120µm. Des attaques ont été réalisées en milieu très basique (pH de 12 à 13.5), avec des solutions de potasse ou de chaux à diverses concentrations. Les températures des essais étaient de 40°C (potasse et chaux) ou de 100°C (chaux).

Les attaques en milieu potassique montrent que l'opale se dissout si le pH est supérieur à 13 et qu'il y a une apparition de produits néoformés solubles dans l'eau. Si à la solution potassique, on rajoute de la chaux, il y a alors une formation abondante de produits insolubles dans l'eau et solubles dans l'acide chlorhydrique. Au bout de 7 jours, une analyse par diffractométrie des rayons X montre l'apparition d'un pic correspondant à des CSH. Par rapport au diffractogramme initial des diatomites, où la bande de diffraction de l'opale était bien marquée, on constate un très net affaiblissement.

L'attaque des diatomites par la chaux se fait en disposant 2 grammes d'échantillon dans 25 grammes de chaux. Une étude par RMN montre que la silice de type opale des diatomites disparaît complètement après 2 à 4 jours pour donner des CSH.

Des études spécifiques (Pichon, 1994) ont également été menées sur les diatomites de Saint-Bauzile (Ardèche – France) et ont montré leur bon comportement à l'Essai Chapelle accéléré (cf. § 424). La silice organogène permet la formation de CSH dont la texture est filamenteuse à alvéolaire, tout comme la cristobalite issue du traitement thermique, qui participe aussi en forte proportion à la réaction.

4.1.2. Réactivité des kieselguhrs dans des mortiers et bétons

Le projet Craft-Eurocrete (Craft-Eurocrete, 1996) a eu pour objectif de formuler des bétons à hautes performances (BHP) en utilisant des diatomites naturelles.

Une première partie de l'étude a été consacrée à l'identification et à la sélection des diatomites. Il a donc utilisé et préconisé différentes techniques comme la diffraction des rayons X, la fluorescence X, la microscopie à balayage, la granulométrie Laser, l'essai de demande en eau, l'essai Chapelle... Il en ressort, pour les données qui nous intéressent que les variétés de diatomées sont nombreuses. Les variétés étudiées dans le projet oscillent entre quatre grands types, cylindriques, triangulaires, en forme de disque ou d'aiguille. Les granulométries des produits étudiés sont fines puisque le d_{50} est compris entre 6 et 10 μm . La masse volumique absolue proche de 2.1 g/cm^3 est relativement faible. Par contre la morphologie complexe des frustules donne aux diatomites une surface spécifique Blaine aux alentours de 2.5 à 5 m^2/g (pour les échantillons riches en diatomées). Cette structure particulière des grains a également des conséquences importantes sur la demande en eau des produits qui est très élevée, comprise entre 1.5 et 1.8.

La seconde partie du projet s'intéresse au broyage et à la calcination des produits naturels. On retiendra que la demande en eau et la granularité des produits baissent avec la température, tandis que la densité augmente.

L'incorporation des diatomites (produits traités, riches en diatomites) dans les liants hydrauliques donnent des résultats encourageants.

Dans les mortiers, les diatomites entraînent une hausse des performances mécaniques en compression et en traction et une diminution du retrait.

Dans les bétons, l'incorporation des diatomites est également à l'origine de gains de résistance appréciables. Elle améliore certaines qualités intrinsèques des bétons comme la baisse de la perméabilité, une moindre diffusion des ions chlorures. Elle entraîne cependant une très légère augmentation de la porosité.

Par contre l'augmentation de la proportion de diatomites par rapport au ciment abaisse la fluidité du mélange. Pour la maintenir, il faut donc utiliser de forts dosages en superplastifiant qui augmentent très sensiblement le prix du mètre cube de béton.

4.2. TECHNIQUES SUSCEPTIBLES DE PERMETTRE L'ETUDE DES PROPRIETES DES KIESELGUHRS

4.2.1. Les techniques classiques

Ce sont des techniques déjà employées dans les chapitres précédents pour caractériser les kieselguhrs au cours de la calcination.

La masse volumique absolue est mesurée grâce à l'emploi d'un pycnomètre, et la masse volumique en vrac peut être estimée en comprimant la poudre dans un volume déterminé.

La granulométrie des kieselguhrs peut être effectuée avec un granulomètre Laser. On peut éventuellement réaliser les granulométries par sédimentométrie, mais appliquée aux kieselguhrs cette méthode pose certains problèmes (cf. § 4331).

L'étude de la morphologie des particules de taille micronique est facilement accessible grâce à la Microscopie Electronique à Balayage. Elle permet de donner des informations qualitatives sur la porosité apparente et l'absorption des produits ainsi que sur le degré d'empilement et la compacité des empilements granulaires.

Les analyses minéralogiques et chimiques des produits peuvent être obtenues par des méthodes de diffraction des rayons X (analyse des phases cristallisées) ou par fluorescence X (analyse chimique).

Par la suite, on présente d'autres méthodes originales tirées de la bibliographie ou mises au point dans le cadre de cette étude (mesure de l'absorption par évaporation d'eau, cf. §423).

4.2.2. Mesure de compacité

La mesure de la compacité des poudres est une donnée difficile à obtenir et plusieurs auteurs ont déjà cherché différentes méthodes permettant de l'évaluer. On a relevé dans la bibliographie différentes techniques :

-par centrifugation (d'après Gaboriau et al, 1997)

Cette méthode consiste à mesurer la teneur en eau du culot de centrifugation, d'une poudre passée à la centrifugeuse. Le mode opératoire est le suivant :

- séchage de la poudre à l'étuve à 105°C jusqu'à masse constante
- mise en suspension de 1,5g de poudre dans l'éprouvette de centrifugation
- dispersion de la poudre par des ultrasons pendant 3 minutes
- mise sous vide durant 10 minutes
- centrifugation à 3500 tours/min pendant 15 minutes
- extraction du surnageant
- pesée du culot humide dans son éprouvette
- pesée du culot sec dans son éprouvette (obtention de la perte de masse à 105°C, masse constante)
- pesée de l'éprouvette vide (déduction de la masse sèche de poudre)

$$C = 1 - \frac{\Delta M / \rho_w}{(M_s / \rho_a) + (\Delta M / \rho_w)} \quad (4- 1)$$

avec, C : compacité

ΔM : perte de masse à 105°C

correspond à la masse d'eau et au volume des vides

ρ_a : masse volumique absolue de la poudre (g/cm³)

ρ_w : masse volumique de l'eau

M_s : masse sèche de la poudre

-par compaction mécanique (Gaboriau et al, 1997)

La compacité de la poudre sèche est mesurée dans un cylindre après application d'une contrainte mécanique de 0.6 MPa.

-par la mesure des vides « Effective Bed Voidage » (Freeman et al., 1995)

Tous les vides contenus dans un gâteau de filtration de brasserie n'ont pas la possibilité de capturer les particules solides en suspension dans la bière, parce que les pores des frustules sont plus petits que les particules à filtrer. C'est pour cette raison que Freeman et al, ont défini la notion de « Effective Bed Voidage » qui correspond aux vides contenus **entre** les frustules de diatomées.

Le principe de la mesure du EBV consiste à incorporer des ultra-fines siliceuses ou carbonatées dans un échantillon de kieselguhr, afin d'en combler la porosité intergranulaire. Pour ce faire différentes mesures sont réalisées à partir de mélange diversement dosés en ultra-fines et en kieselguhr (proportions volumiques de : 0/100 ; 20/40 ; 20/50 ; 20/60 ; 20/70 ; 100/0). Les mélanges sont mis sous forme d'une pâte relativement fluide par adjonction d'eau, et soigneusement homogénéisés. La pâte est ensuite placée dans un cylindre poreux à sa base et qui permet donc d'éliminer l'eau par le vide. Le volume final du mélange est mesuré, et sert à faire un graphe qui représente l'augmentation du volume total en fonction du volume d'ultra-fines ajouté aux kieselguhrs (fig. 34). On en déduit l'EBV, pourcentage volumique d'ultra-fines ajoutées, à partir duquel le volume total commence à augmenter.

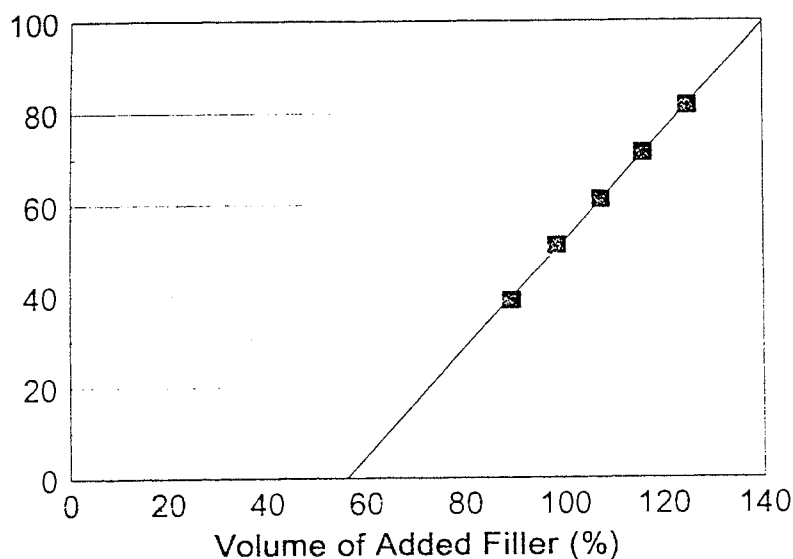


Figure 34 : Augmentation de volume d'un mélange kieselguhrs - ultra-fines, et détermination de l'EBV

- par la mesure de la demande en eau–pâte lisse (Sedran et de Larrard, 1994)

Ce procédé qui permet de calculer la compacité d'une poudre à partir de sa demande en eau est détaillé au chapitre 5. Elle a finalement été retenue pour déterminer la compacité de certaines perlites, diatomites calcinées et fluxées, et d'un kieselguhr usagé ainsi que celle des fines des différents sables (cf. § 53).

4.1.3. Essais de quantification de l'absorption par évaporation d'eau

L'incorporation des kieselguhrs dans des liants hydrauliques nécessite de quantifier leur absorption d'eau afin de pouvoir évaluer le volume d'eau efficace de la gâchée. Des méthodes normalisées permettent de mesurer l'absorption des granulats conventionnels et ont déjà été utilisées pour l'étude de nos sables et gravillons. Elles ne peuvent cependant pas être appliquées à l'étude des particules fines.

On a donc mis au point une méthode originale, qui reste encore à optimiser. Elle permet d'évaluer la porosité intragranulaire accessible à l'eau des particules d'où on en déduit l'absorption des particules. Ce procédé a été mis en œuvre sur diverses poudres et sables fins et a globalement permis de retrouver les valeurs relevées dans la bibliographie (valeur de EBV pour les diatomites ; absorption suivant la norme pour les sables). Le principe de cette méthode est le suivant.

L'échantillon est préalablement saturé par immersion dans de l'eau durant 24 heures, à la pression atmosphérique. On provoque ensuite l'évaporation modérée de l'eau jusqu'au séchage complet de l'échantillon (masse constante) en suivant au cours du temps la masse d'eau évaporée et donc le taux d'évaporation. En effet, il s'avère que les volumes d'eau respectivement présents dans la porosité intergranulaire et dans la porosité intragranulaire ne s'évaporent pas à la même vitesse. Contrairement à la porosité intergranulaire, la porosité intragranulaire constitue un milieu partiellement confiné dans lequel la pression partielle de vapeur d'eau est plus élevée, et entraîne un taux d'évaporation plus faible. En réalité, le problème est bien plus complexe et mériterait une étude à part entière en tenant compte de l'eau adsorbée, des phénomènes de capillaires qui peuvent se créer... et les grains ne sont pas uniquement de simples coques creuses, comme par exemple les perlites qui ont des formes en esquilles.

On retiendra tout de même que cette eau, retenue par les grains, nécessite plus d'énergie pour être évaporée et entraîne donc une diminution du taux d'évaporation. Dans un mélange hydraulique, cette eau fortement liée à la matière ne peut pas être considérée comme étant de l'eau libre, ou eau efficace (cf § 4551, *relation n° 4- 11* et 612). On la comptabilisera finalement comme étant de l'eau absorbée.

Dans la pratique, on dispose une faible épaisseur (2 à 3 mm) de poudre sur le fond d'un grand cristalliseur puis on immerge l'échantillon sous 1cm d'eau durant 24 heures. Passé ce laps de temps, on élimine délicatement l'excès d'eau de sorte à n'avoir plus qu'un mince film d'eau sur l'échantillon (ce qui diminue d'autant la durée de l'expérience)

L'évaporation de l'eau se fait en utilisant une étuve ventilée chauffée à une température modérée (40 °C +/- 3°C, dans notre cas). Le cristalliseur est suspendu en permanence à une balance placé au-dessus de l'étuve (cf. fig. 36). Un petit orifice d'aération permet de faire passer un fil métallique qui relie la balance au support du cristalliseur, à l'intérieur de l'étuve.

Cette méthode évite d'ouvrir régulièrement l'étuve pour prendre puis peser le cristalliseur et son contenu et permet d'éliminer ainsi les perturbations liées à cette opération.

Les pesées se font par des lectures régulières sur la balance (modèle à affichage numérique ayant une précision de 0.2 gramme). La diminution progressive de la masse de l'échantillon est causée par l'évaporation de l'eau.

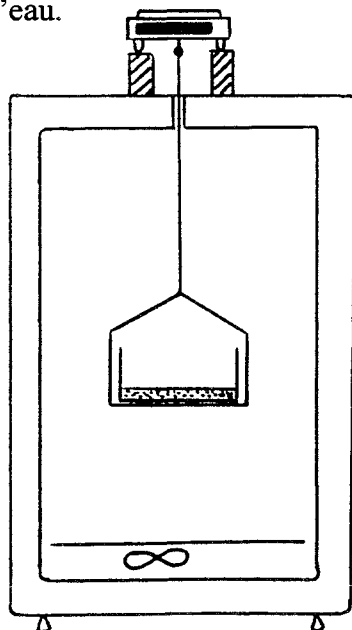


Figure 36 : Schéma du montage

Les valeurs des différentes pesées en fonction du temps sont reportées sur un graphique (cf. fig. 37). Dans un premier temps, les points sont alignés (comme le montre la droite en pointillés) et traduisent l'évaporation régulière de l'eau contenu entre les grains. Le changement du taux d'évaporation (marqué sur la figure par un rond clair) correspond à l'état des grains secs en surface, mais imbibés d'eau. A ce moment la poudre se craquelle et paraît sèche.

On note M'_e , la masse de la poudre à cet instant et M_s , la masse de la poudre sèche (fin de l'essai). La masse d'eau absorbée M_e par la poudre est simplement déduite de la différence des deux masses précédentes. L'absorption se calcule donc par la relation suivante (adaptée de la relation n°2- 15) :

$$Ab = \frac{M'_e - M_s}{M} = \frac{M_e}{M_s} \quad (4- 2)$$

Connaissant l'absorption et la masse volumique absolue de la poudre, il est également possible de calculer la porosité ouverte des grains par la relation :

$$n = \frac{Ab \cdot \rho_a}{1 + (Ab \cdot \rho_a)} \quad (4- 3)$$

Où, ρ_a est la masse volumique absolue (cf. § 2162) de la poudre considérée.

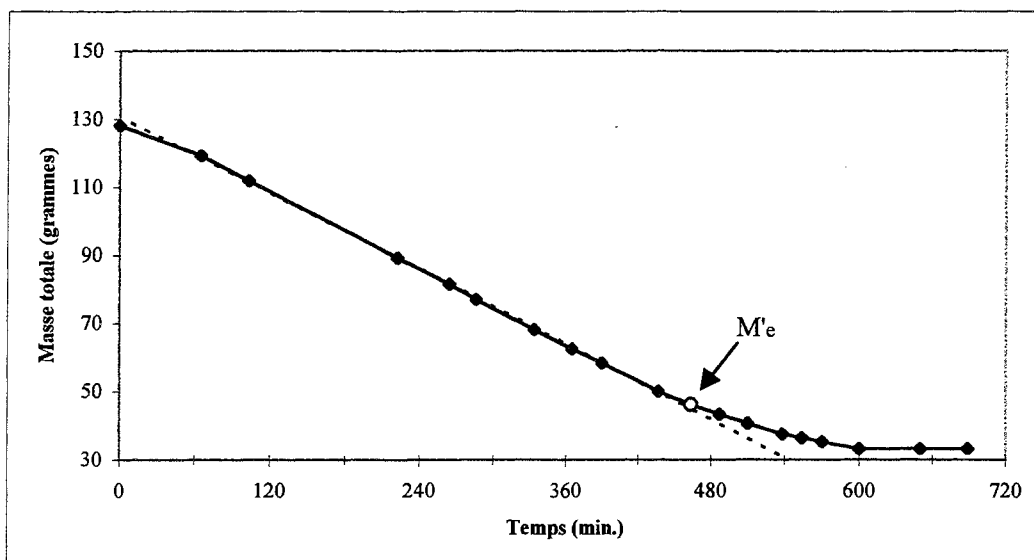


Figure 37 : Courbe expérimentale, retraçant les deux taux d'évaporation d'un échantillon poreux (kieselguhr D2-500°C)

Dans cet exemple, $M'_e = 46\text{g}$ et $M_s = 33.3\text{g}$, d'où une absorption de la poudre D2-500°C de 38%, que l'on a finalement ramené à 35% (cf. § 4342).

4.2.4. Mesure de la pouzzolanité

Une pouzzolane est un matériau fin siliceux ou silico-alumineux capable, à température ambiante et en présence d'eau, de fixer de la chaux pour former des composés stables peu solubles dans l'eau et possédant des propriétés hydrauliques.

De par leur nature (opale ou silice vitreuse), les diatomites et perlites constituent de bonnes pouzzolanes. Certains travaux parus dans la bibliographie (Pichon, 1994 ; Gaudon et al., 1997 ; projet Craft-Eurocrete, 1996) et nos premiers essais sur mortier en attestent. On cherche alors des méthodes qui permettent de mesurer le degré de la réaction.

- L'essai Chapelle dit accéléré (Chapelle, 1958)

Le principe est de faire réagir 1 gramme de produit avec 1 gramme de chaux vive ou éteinte [CaO , ou Ca(OH)_2], pendant 16 heures dans 200ml d'eau en ébullition.

Après 16 heures, on solubilise entièrement la chaux en excès par ajout de saccharose :

- 60g de $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ et 800ml d'eau, puis trois dosages du soluté par complexométrie EDTA - DIETHYLAMINE - CALCON, ce qui permet de déterminer la quantité de chaux qui n'a pas été consommée lors de la réaction (Pichon, 1994).

- 20 g de $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$, puis centrifugation du mélange. La chaux est dosée sur le filtrat (Largent, 1975)

- 20 g de $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$, puis centrifugation du mélange et extraction du culot. Les CSH formés lors de la réaction sont solubles dans l'acide chlorhydrique, ce qui permet de faire un bilan de

masse de la réaction (d'après Gaudon et al., 1997) ; « Résidu total » , « résidu insoluble dans HCl » ; « produits néoformés ».

- La mesure de la conductivité (Luxan et al., 1989)

Une autre méthode consiste à utiliser de la chaux éteinte [$\text{Ca}(\text{OH})_2$], car il existe une bonne corrélation entre la réactivité pouzzolanique de la silice plongée dans une solution de soude (ou de chaux) et la baisse de conductivité de la solution.

Les mesures de conductivité montrent alors une grande variation qui se fait essentiellement pendant les 20 premières minutes (fig. 38) qui suivent le mélange pouzzolane-chaux. Les auteurs ont montré que dans le cas de plus de 100 matériaux, on obtenait une stabilisation de la conductivité au bout de 2 minutes. L'augmentation de la masse initiale de pouzzolane introduite dans la solution de chaux conduit à une chute croissante de la conductivité.

L'essai proposé est le suivant :

- 200ml de solution saturée en $\text{Ca}(\text{OH})_2$, thermostatée au bain-marie à $40^\circ\text{C} \pm 1^\circ$;
- prise d'échantillon de 5.00 grammes (matériau séché à l'étuve) ;
- mesure initiale de la conductivité (avant l'ajout de l'échantillon) ;
- la conductivité de la solution, constamment agitée, est remesurée au bout de 120 secondes,
- ces 2 mesures sont ramenées à 25°C ,
- la différence mesurée permet de classer le produit ou de le comparer à un autre.

La pouzzolanité du produit est qualifiée d'après la baisse de conductivité (en milli-Siemens/cm). Les auteurs ont défini les limites de plusieurs catégories de pouzzolanité, d'après des valeurs qu'ils ont obtenu sur une centaine de matériau.

$\Delta \text{ mS/cm}$: inf. à 0.4 -> produit non pouzzolanique

$0.4 < \Delta < 1.2$ -> pouzzolanité variable

$\Delta > 1.2$ -> bonne pouzzolanité

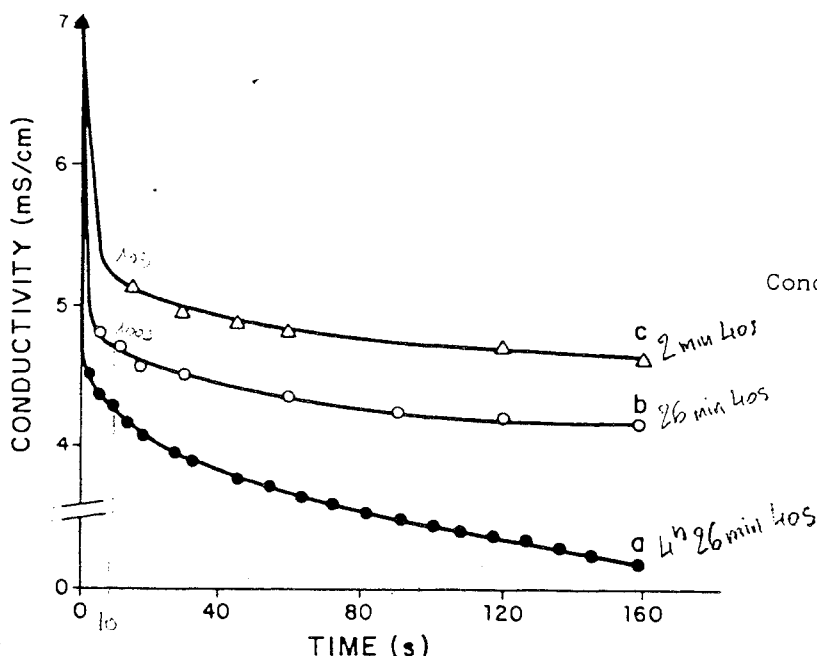


FIG. 1
Conductivity vs time
a : $t \times 100$;
b : $t \times 10$;
c : $t \times 1$.

Figure 38 : Baisse de conductivité d'une solution saturée en chaux, par apport de fines réactives

– par Mesure de granulométrie Laser (Frias et al., 1992 ; Kumiko et al, 1992)

Certains auteurs (Frias et al., 1992) ont étudié la réaction pouzzolanique entre une pouzzolane et une solution de chaux, en mesurant à intervalles réguliers l'évolution de la courbe granulométrique (réalisée avec un granulomètre laser). Le spectre granulométrique montre une nette évolution dans le temps.

4.2.5. Quantification de la phase amorphe

Le principe consiste à suivre la cinétique de dissolution de la silice et des silico-aluminates amorphes dans une solution d'acide fluorhydrique à 1% (Driouche & Murat, 1988). Sachant que la vitesse de dissolution des composés amorphes est plus rapide que celle des phases cristallines, il est possible de distinguer les proportions des phases potentiellement solubles sur une courbe qui représente la matière dissoute en fonction du temps d'attaque.

4.3. DIATOMITES ET PERLITES NEUVES UTILISEES DANS LES ETUDES DE LA REACTIVITE

4.3.1. Présentation générale des échantillons

Dans l'étude suivante, plusieurs types de kieselguhrs ont été expérimentés. Ils se différencient les uns des autres par leur qualité (pouvoir de filtration plus ou moins fort) ou leur état (neuf ou usagé). Le choix de cette diversité d'échantillons a pour but de comparer les propriétés des différents produits utilisés, purs ou mélangés entre eux (filtres industriels). Il est aussi possible d'évaluer les conséquences d'une calcination à 500°C en traitant des échantillons neufs.

L'ensemble des analyses suivantes ont donc porté sur des échantillons neufs, directement fournis par des producteurs (CECA et DICALITE), et sur les échantillons usagés, issus des filtres de brasseries.

Ces derniers sont les échantillons « D1 » et « D2 » (cf. §321) fournis par les brasseries Desplenter et Jupiler, déjà utilisés antérieurement afin de définir un traitement destiné à les débarrasser de leurs matière organique (cf. § 33). Ces kieselguhrs usagés sont des mélanges de diverses qualités de diatomites et perlites, en proportions variables. Avant d'y effectuer des essais, ils ont été préalablement calcinés durant 3 heures à 500°.

Les kieselguhrs neufs ont été choisis parmi deux grandes catégories industrielles, simplement calcinés, où fluxés (§ 313). On s'est également intéressé à deux échantillons de perlite, puisque ce matériau rentre dans l'élaboration de certains filtres de brasserie (Jupiler à Liège, par exemple).

Le tableau suivant (tab.38) regroupe les informations générales concernant chacun des échantillons.

Tableau 38 : Présentation des différents échantillons de diatomites et perlites

Nom	*	Fournisseur	Provenance (gisement)	Traitement
Perlite	P	Dicalite	-	Fragmentation thermique
Flo/M	P	Ceca	-	Fragmentation thermique
4108	P	Dicalite	-	Fragmentation thermique
Clarcel CBL	D	Ceca	St-Bauzile, France	Calcination
Clarcel CBR	D	Ceca	St-Bauzile, France	Calcination
Speed Flow	D	Dicalite	Lompoc, Sud Californie	Calcination
Sup Aid	D	Dicalite		Calcination
UF	D	Dicalite	Lompoc, Sud Californie	Calcination
Clarcel DIC/B	D	Ceca	St-Bauzile, France	Calcination-fluxée
5000	D	Dicalite	Burney, Nord-Californie	Calcination-fluxée
Speed Plus	D	Dicalite	Burney, Nord-Californie	Calcination-fluxée
D1-500°C	DP	Desplenter	Brasserie	Mélange recalciné durant 3heures à 500°
D2-500°C	DP	Jupiler	Brasserie	Mélange recalciné durant 3heures à 500°

*Le sigle P désigne les perlites, D, les diatomites et DP, un mélange des deux produits (environ 15 à 20% de perlite)

Ces adjuvants de filtration sont commercialisés sous forme de poudres. La couleur varie du rose au beige pour les diatomites calcinées, et blanche pour les diatomites fluxées et les perlites.

4.3.2. Composition chimique et minéralogique

4.3.2.1 – Analyses par fluorescence des rayons X

La composition chimique de ces différentes particules peut être connue par la méthode de fluorescence des rayons X. L'échantillon de perlite dénommé « Perlite » a été analysé par cette méthode, et les résultats obtenus figurent dans le tableau suivant (tab. 39). On y a joint également le même type d'analyses réalisées sur un échantillon de diatomite calcinée et de diatomite fluxée. Il s'agit de CBL et Dic/B (analyses fournies par CECA).

On considère que les données suivantes, bien qu'étant réalisées sur des échantillons précis, donnent tout de même un aperçu général de ces produits en général.

Tableau 39 : Analyse chimique d'une perlite, d'une diatomite calcinée et d'une diatomite fluxée, par analyse en fluorescence des rayons X (% en poids d'oxydes)

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	TiO ₂	CaO	MgO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O	Paf	Total
Perlite	74.91	12.76	0.82	<0.01	0.03	0.72	0.08	0.04	4.65	3.35	2.18	99.54
CBL	88.8	4.80	3.25	-	0.24	1.05	0.43	-	0.28	0.27	-	99.12
Dic/B	88.0	2.90	2.30	-	0.12	0.90	0.30	-	0.22	3.00	-	97.74

Fe₂O₃ correspond au fer total

Paf : Perte au feu à 1000°C

Ces analyses montrent que la perlite est une roche volcanique riche en silice, alumine et éléments alcalins (potassium et sodium).

Les deux diatomites ont des compositions relativement voisines, très riches en silice avec la présence d'un peu d'alumine et de fer, essentiellement.

La diatomite fluxée comporte une proportion relativement importante de sodium, qui provient du fondant avec lequel elle est mélangée puis portée à haute température (1000 à 1100°C) au cours du traitement industriel.

La présence de ces éléments alcalins dans les perlites et diatomite fluxée est à prendre en compte, mais n'est pas une donnée alarmante vis à vis d'éventuels problèmes d'alcali-réactions dans les bétons. Les perlites et diatomite fluxée constituent une faible proportion d'un kieselguhr, qui constituera à son tour une faible proportion du volume final de béton.

4.3.2.2 – Diffraction des rayons X

La méthode la plus appropriée pour identifier les phases cristallisées est la diffraction des rayons X sur poudres. Cette technique a déjà été utilisée et présentée pour l'analyse des fractions fines des sables « Sa1, Sa2 et Sb » et pour l'évolution de la minéralogie de la diatomite D1 au cours des essais de calcination.

Les conditions de l'analyse sont les mêmes, à savoir l'utilisation d'une anticathode au fer et l'utilisation de poudres brutes. Les angles 2θ balayés pour ces diffractogrammes débutent à $2\theta = 20^\circ$ (fig. 39).

Le tableau (tab. 40) suivant résume les principales informations qui ressortent des diffractogrammes.

Tableau 40 : Minéralogie des échantillons et proportions estimées des différentes phases d'après les diffractogrammes de la figure 37.

Nom	Nature	Minéralogie
Perlite	Perlite	fort bombement de l'opale (verre volcanique)
4108	Perlite	bombement de l'opale (verre volcanique)
Clarcel CBL	Diatomite calcinée	opale, (fort bombement) + cristoballite + quartz
Clarcel CBR	Diatomite calcinée	cristobalite + opale (faible bombement) + quartz
Speed Flow	Diatomite calcinée	cristobalite + opale (faible bombement) + quartz
Sup Aid	Diatomite calcinée	opale (fort bombement) + cristobalite (faibles pics)
UF	Diatomite calcinée	cristobalite (pics bien marqués) + opale + quartz
Clarcel DIC/B	Diatomite fluxée	cristobalite
5000	Diatomite fluxée	cristobalite
Speed Plus	Diatomite fluxée	cristobalite
D1-500°C	Filtre	opale (fort bombement) + cristobalite (faibles pics)
D2-500°C	Filtre	cristobalite (pics bien marqués) + opale + quartz

Les diffractogrammes mettent en évidence les pics bien individualisés de la cristobalite, un bombement plus ou moins marqué, centré autour de $2\theta = 27^\circ$, caractéristique d'une silice amorphe (opale ou verre volcanique) et un peu de quartz.

Le fort degré de calcination utilisé pour la fabrication des diatomites fluxées a transformé la totalité de l'opale en une silice mieux organisée du point de vue cristallographique : la cristobalite. la présence plus ou moins marquée de cristobalite dans une diatomite calcinée reflète donc un traitement thermique plus ou moins poussé.

UNIVERSITÉ HENRI POINCARÉ
NANCY I
FACULTÉ DES SCIENCES
DÉPARTEMENT DE GÉOLOGIE
ET MINÉRALOGIE

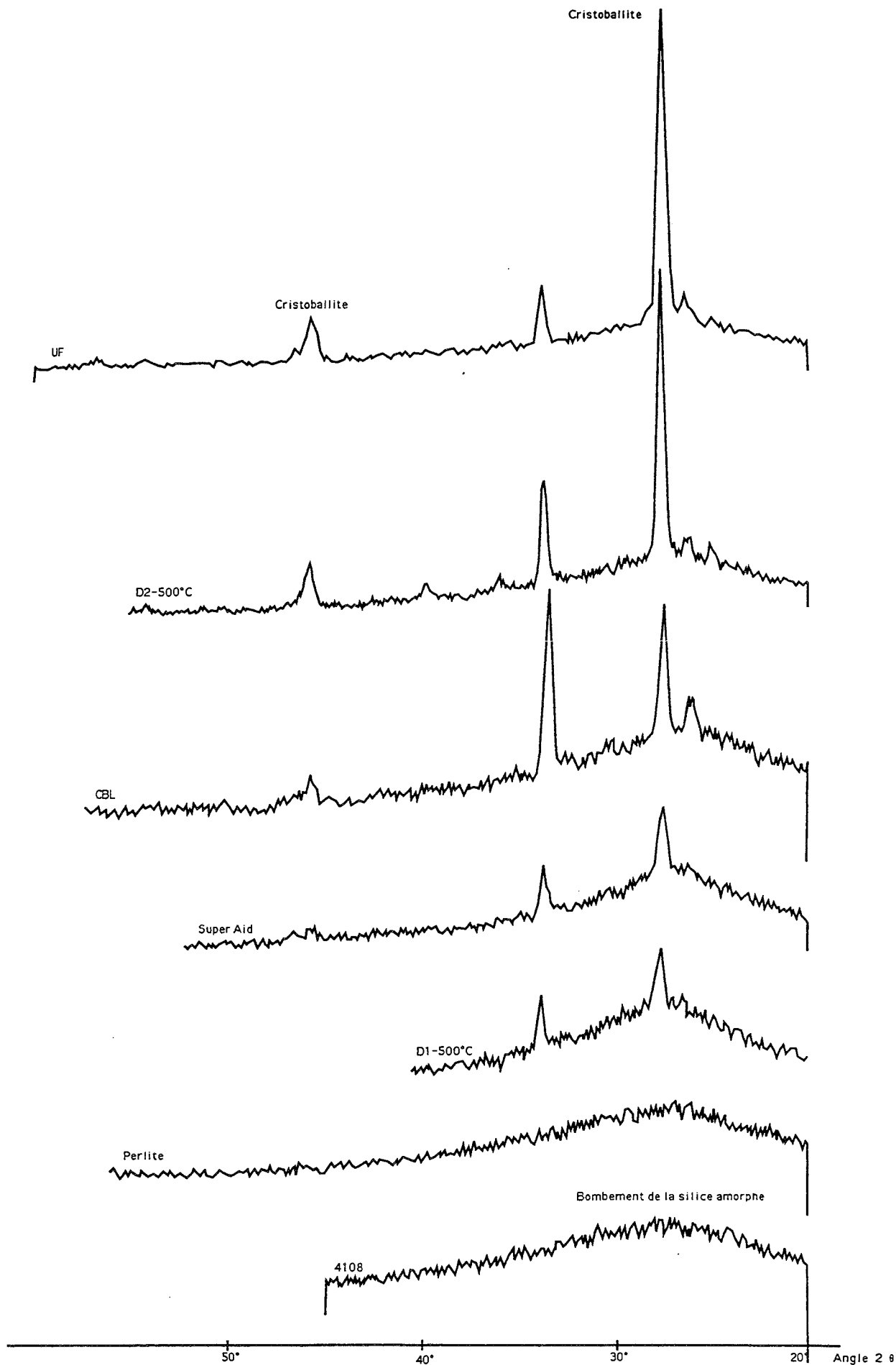
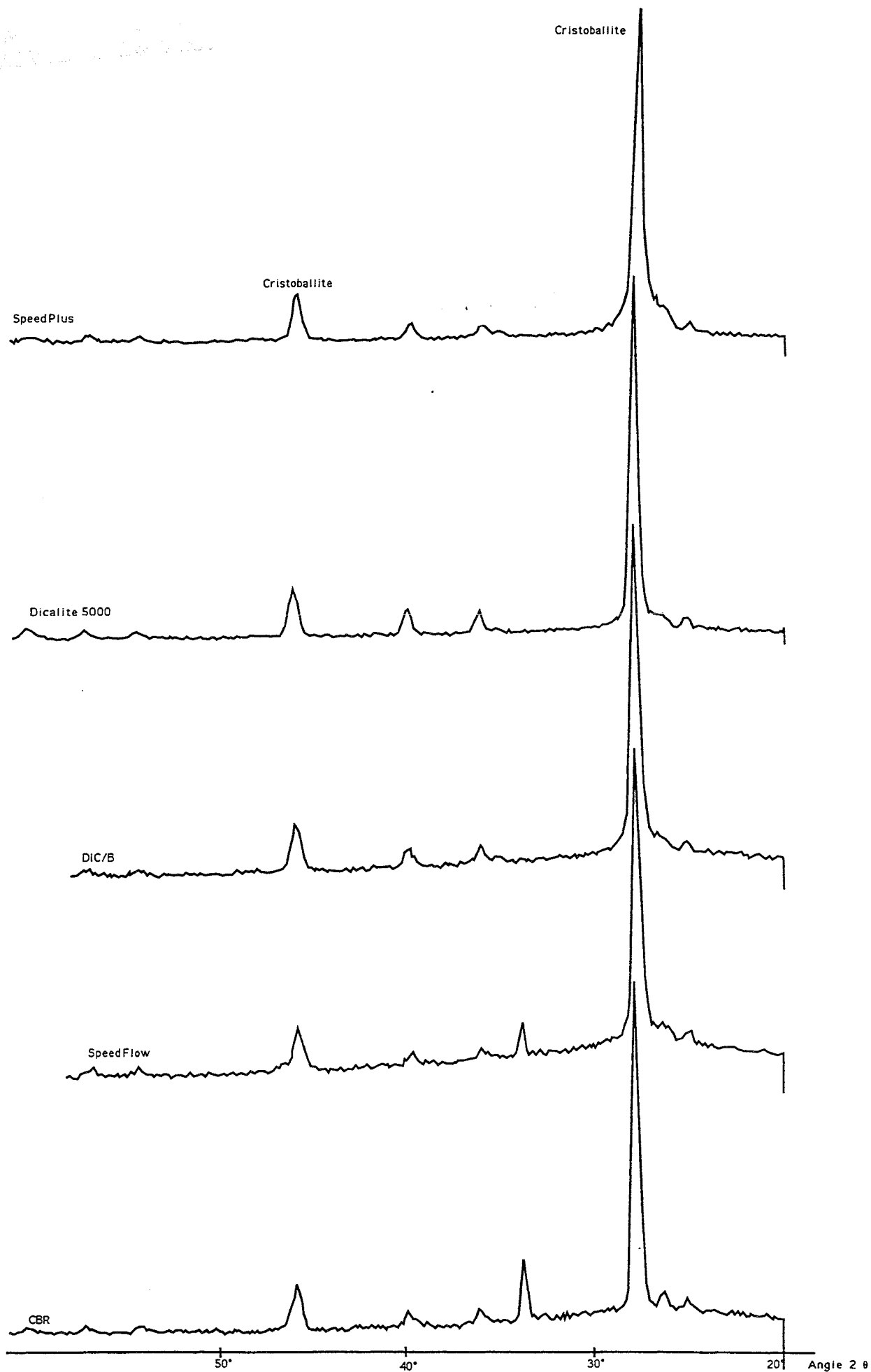


Figure 39 : Diffractogrammes des diatomites et perlites utilisées.



4.1.3. Propriétés morphologiques

4.3.3.1 - Granularité

Les kieselguhrs se présentent sous forme de poudres dont la grande majorité des particules ont une taille inférieure à $80\mu\text{m}$. Pour obtenir la courbe granulométrique, on a donc recours à un granulomètre Laser ou à une étude granulométrique par sédimentométrie. Au chapitre 3, on s'est servi d'un granulomètre Laser pour établir les courbes granulométriques de trois échantillons de kieselguhrs D1 calcinés à différentes températures (cf. § 335 ; fig. 32).

Le but de ce paragraphe est de confronter les deux techniques, expérimentées sur le kieselguhr D1.

Comme cela a déjà été évoqué dans l'étude bibliographique, il faut faire attention au type d'appareillage utilisé en granulométrie Laser (Kumiko et al., 1992). Il convient en effet d'utiliser un granulomètre Laser fonctionnant sur le principe de la diffraction, en raison de la forte porosité interne des frustules de diatomées.

La granulométrie par sédimentométrie a été réalisée suivant la procédure déjà décrite et employée pour l'étude de la fraction fine des sables extraits dans la formation des Grès du Luxembourg (cf. §2151). Basée sur la loi de Stokes, elle permet de calculer la taille des particules (ramenées à des particules équivalentes) qui sédimentent dans une éprouvette.

Les courbes granulométriques de la figure 40 reprennent les résultats obtenus par le biais de ces deux méthodes.

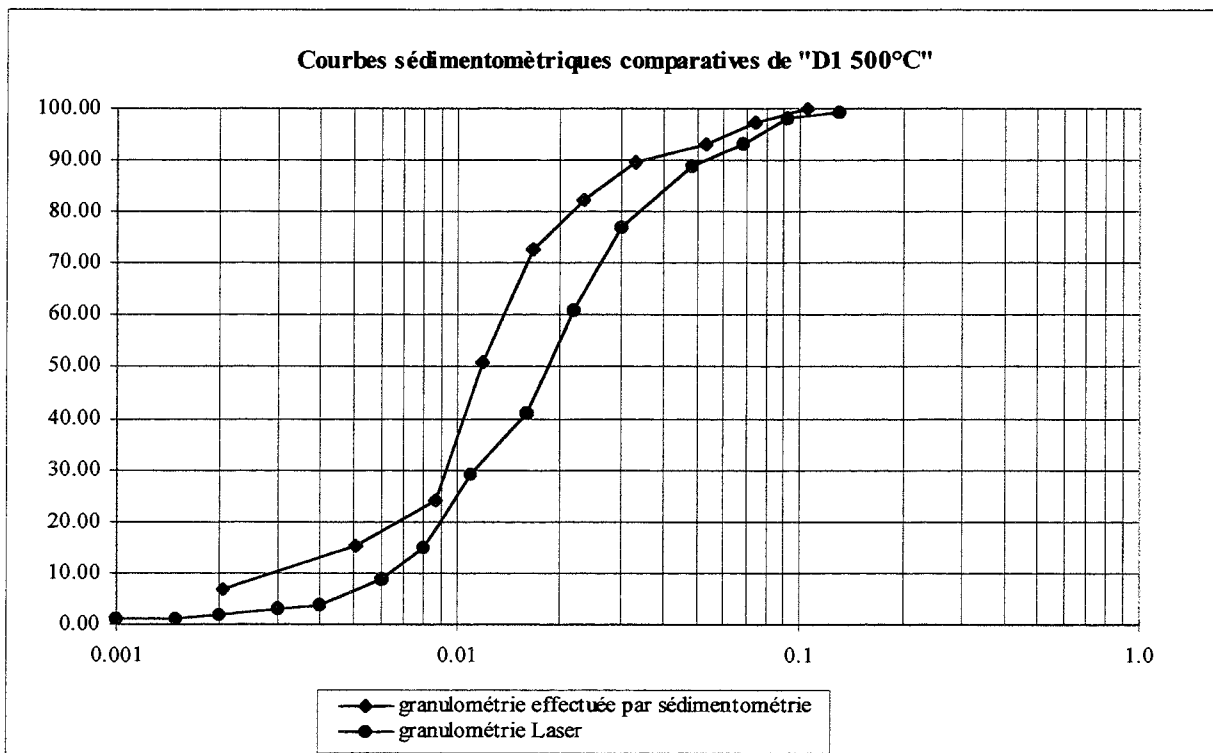


Figure 40 : Courbes granulométriques Laser et par sédimentométrie de la diatomite D1 calcinée à 500°C

Les courbes granulométriques obtenues ont des allures proches. Cependant, la granulométrie issue de la sédimentométrie a tendance à donner des tailles de particules plus

finer que dans le cas de la granulométrie Laser. Ceci peut être en partie dû au fait que les frustules de diatomées ont des formes très étendues et sédimentent donc nettement moins vite que des particules sphériques, de même masse. La loi de Stokes employée dans cette méthode ramène donc la taille réelle des frustules à une taille de « particule équivalente » de plus petite dimension. Sur ce type de particule, on atteint certainement les limites de la sédimentométrie...

Un problème identique se pose certainement pour les résultats obtenus avec un granulomètre Laser. A quelle taille est ramenée la dimension réelle d'une diatomée aciculaire?

Dans le paragraphe suivant, on va effectivement voir que les formes des particules des diverses diatomites et perlites sont variées, et sont fort différentes d'une sphère.

4.3.3.2 - Etude de la morphologie à l'aide du Microscope Electronique à Balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) est le moyen le plus adapté pour l'observation détaillée de particules d'une très grande finesse morphologique. Chaque échantillon a été observé à l'état de poudre. Les observations réalisées dans ce paragraphe ont été réalisées avec un MEB Hitachi couplé à une sonde Kevex.

Afin de pouvoir comparer facilement les aspects généraux et les granulométries respectives des échantillons, des prises de vues ont systématiquement été effectuées aux grossissements de 100, 300 et 1000 (ou 1200).

Les vues aux grossissements 300 figurent sur les trois pages suivantes (fig 41 à 56) et les caractères principaux ont été repris dans le tableau 41.



Figure 41 : Vue de Perlite (grossissement 100)

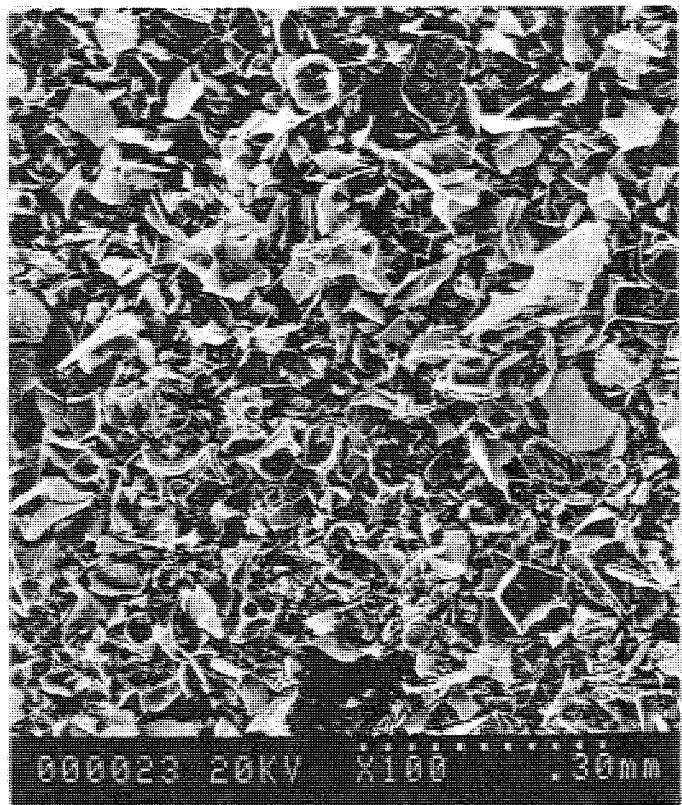


Figure 42 : Vue de 4108 (grossissement 300)



Figure 43 : Vue de CBL (grandissement 300)



Figure 44 : Vue de CBR (grandissement 300)

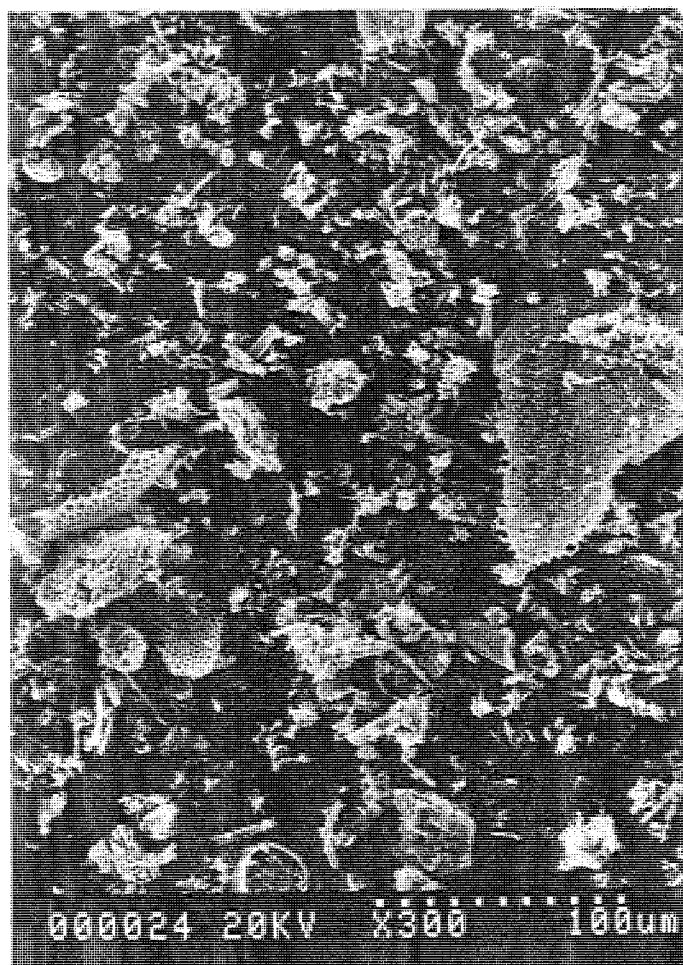


Figure 45 : Vue de Speed Flow (grandissement 300)



Figure 46 : Vue de Sup Aid (grandissement 300)



Figure 47 : Vue de UF (grandissement 300)



Figure 48 : Vue de Dic/B (grandissement 300)

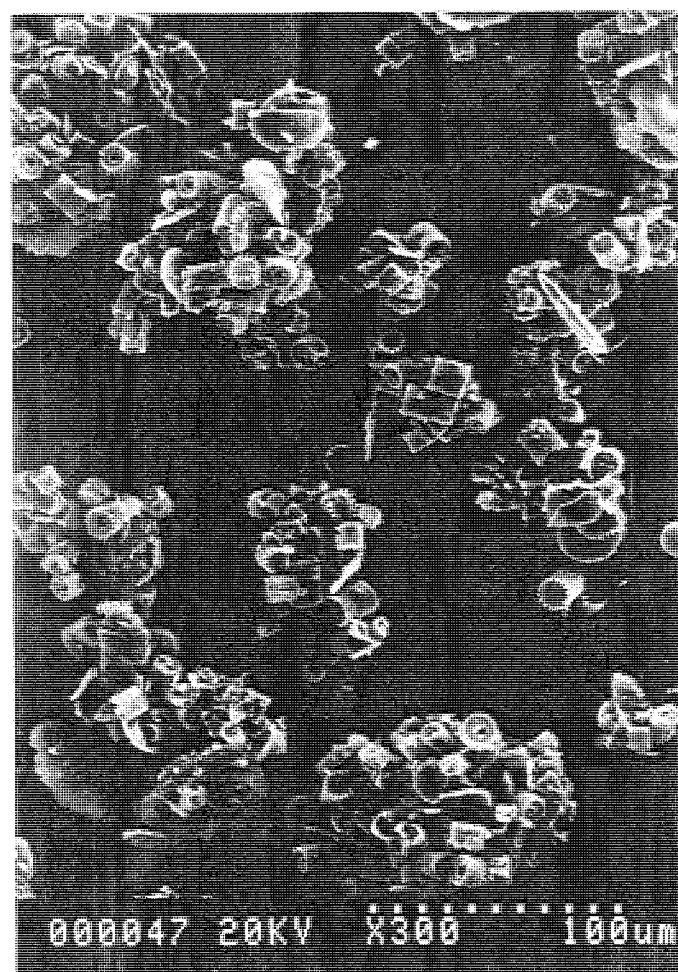


Figure 49 : Vue de Dicalite 5000 (grandissement 300)

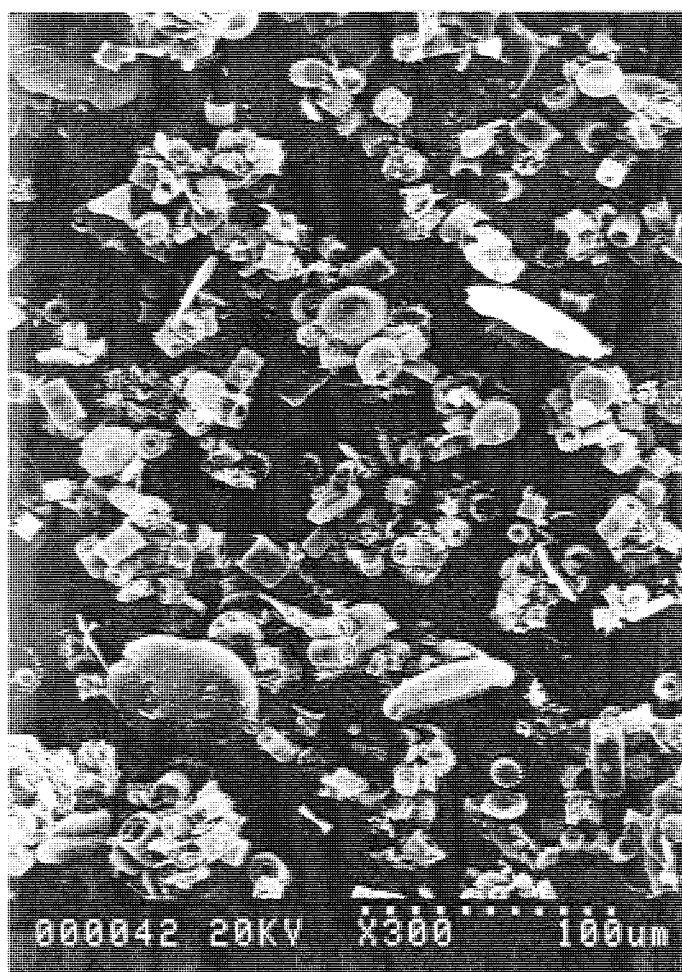


Figure 50 : Vue de Speed Plus (grandissement 300)

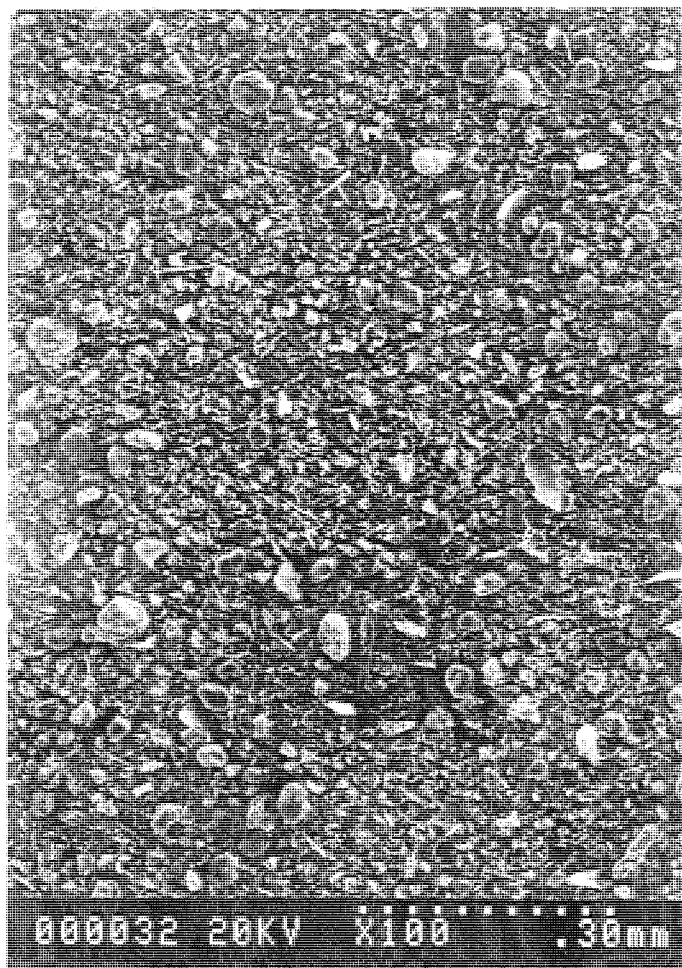


Figure 51 : Vue de D1-500°C (grandissement 300)



Figure 52 : Vue de D2-500°C (grandissement 300)

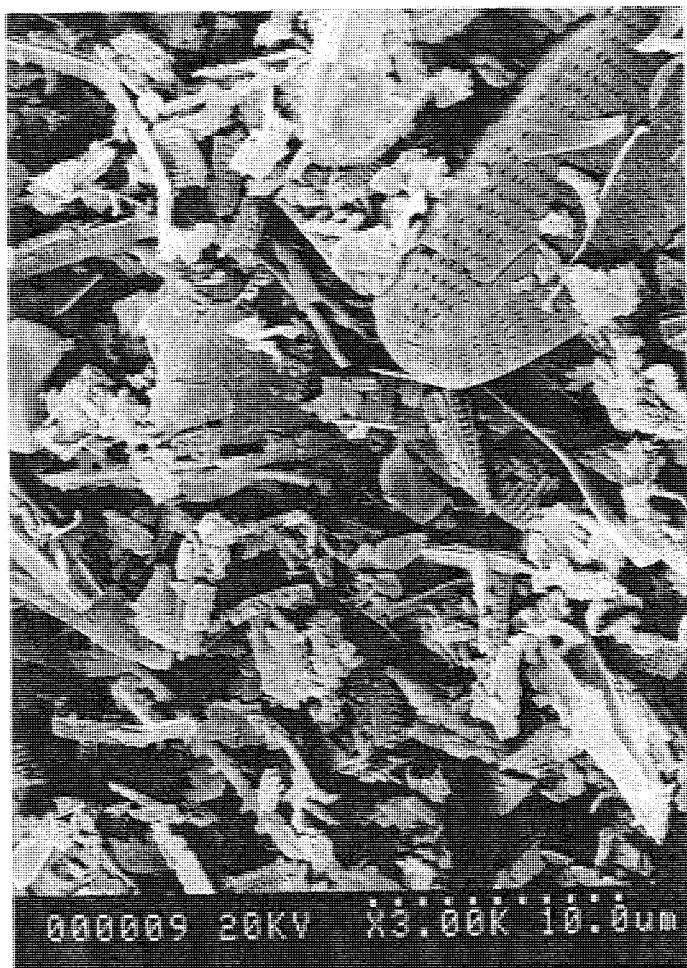


Figure 53 : Vue de CBL (grandissement 3000)

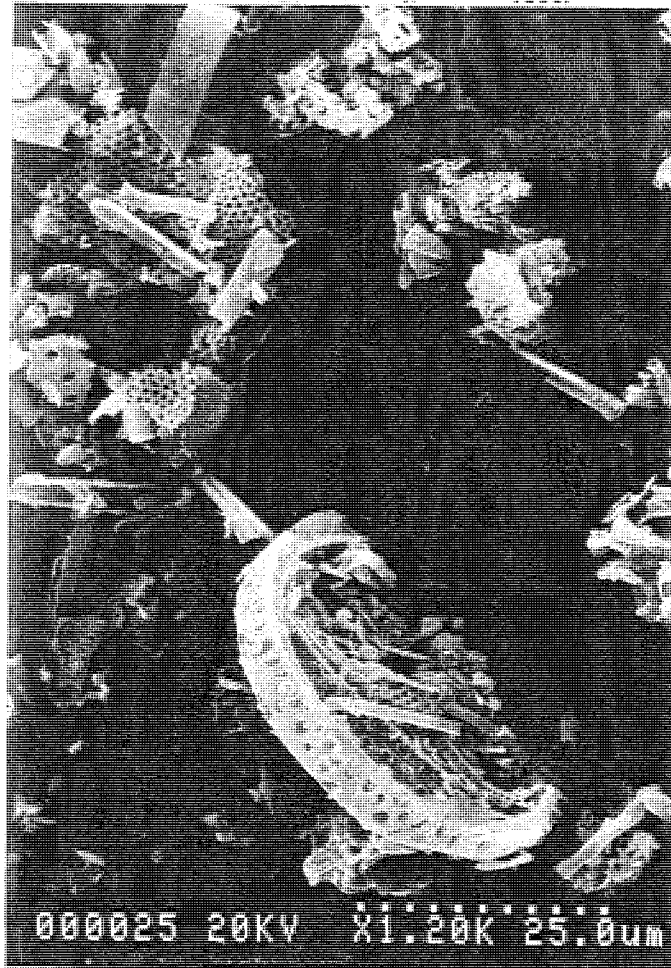


Figure 54 : Vue de Speed Flow (grandissement 1200)

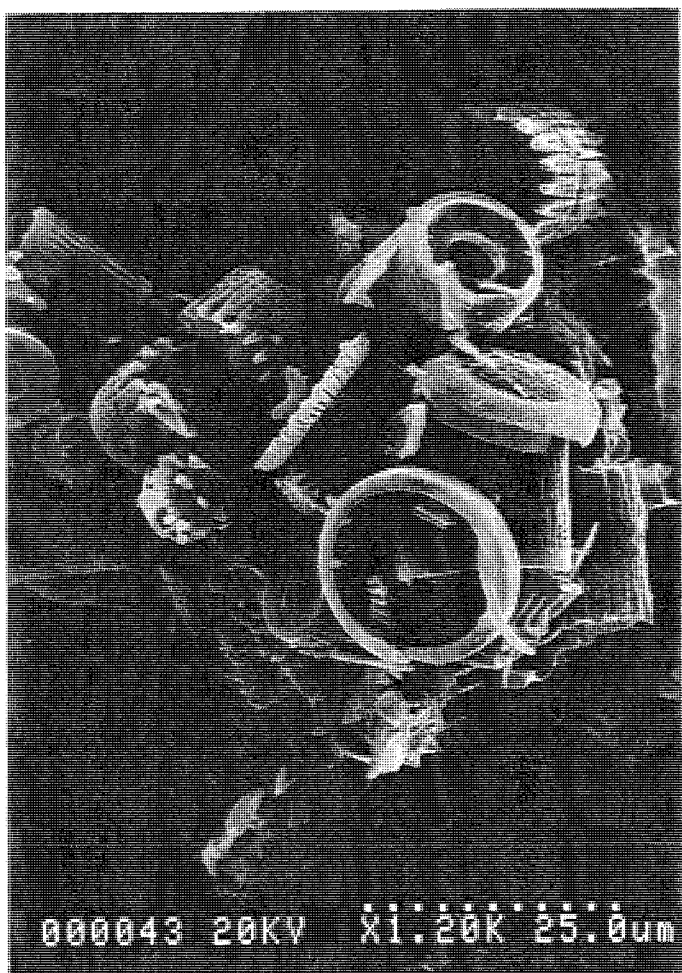


Figure 55 : Vue de Speed Plus (grandissement 1200)

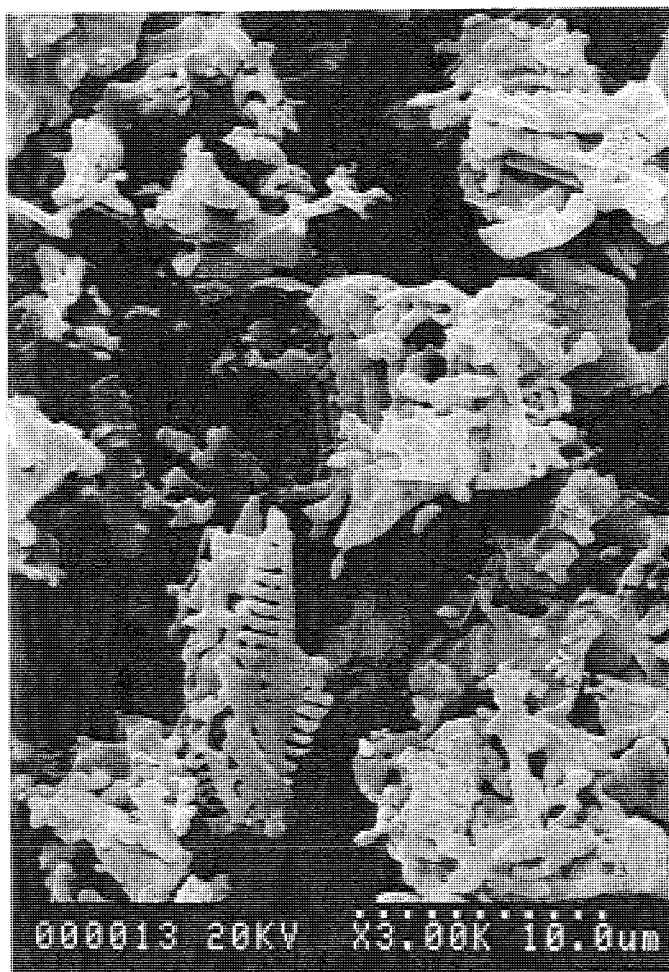


Figure 56 : Vue de DIC/B (grandissement 3000)

Tableau 41 : d_{50} et morphologie des échantillons de diatomites et perlites

Nom	Nature	D 50 (μm)	Morphologie
Perlite	Perlite	70	esquilles et grosses particules poreuses
4108	Perlite	70	esquilles et grosses particules poreuses
Clarcel CBL	Diatomite calcinée	10	capsules ovoïdes, baguettes et quelques cylindres
Clarcel CBR	Diatomite calcinée	10	capsules ovoïdes, baguettes, quelques cylindres et rares disques - présence d'amas de fragments de frustules, de grain de silice - traces de début de fusion partielle
Speed Flow	Diatomite calcinée	20	aiguilles, fragments de disques et disques, amas de fragments de frustules, quelques silicoflagellés
Sup Aid	Diatomite calcinée	25	nombreuses aiguilles, disques de grande taille ($70\mu\text{m}$), amas de fragments de frustules
UF	Diatomite calcinée	20	aiguilles, fragments de disques et disques, amas de frustules, quelques silicoflagellés
Clarcel DIC/B	Diatomite fluxée	12	capsules ovoïdes, baguettes et quelques cylindres - état très fondu
5000	Diatomite fluxée	60*	amas de cylindres et quelques disques - état très fondu
Speed Plus	Diatomite fluxée	40*	amas de cylindres et quelques disques
D1-500°C	Filtre	19	mélange d'aiguilles, de disques de grande taille, d'amas de fragments de frustules et de perlite - nombreux grains de silice
D2-500°C	Filtre	20	mélange de CBR, UF et perlite

d_{50} : - en caractères gras, valeurs obtenues avec un granulomètre Laser,

- en caractères normaux, ordre de grandeur probable estimé d'après les vues prises au MEB,

* valeurs estimées pour les amas de diatomées.

Dans la plupart des cas, on ne retrouve que des fragments de frustules, car ils ont subi un broyage lors du traitement industriel. Toutefois, on peut encore distinguer les formes des frustules des diatomées. Elles sont variées et caractéristiques d'un gisement donné. Les frustules en formes de capsules et de plaquettes ovoïdes sont fréquents dans les kieselguhrs Ceca exploités à la mine de Saint Bauzile (fig. 53), tandis que les grands disques perforés (fig. 54) sont typiques des diatomites Dicalite (Speed Flow, UF) provenant de la mine de Lompoc. Les frustules cylindriques (fig. 55) sont omniprésents dans les diatomites Dicalite (5000, Speed Plus) extraites dans le gisement de Burney. On remarque également l'aspect partiellement fondu des frustules de diatomées (fig. 56) de certaines diatomites fluxées (DIC/B et Speed Plus).

Les estimations visuelles des d_{50} d'après les photographies réalisées au MEB sont imprécises. Elles permettent seulement de donner des informations indicatives, en comparant les granulométries des différents échantillons avec celles de certains échantillons de granulométrie connue (Laser ou sédimentométrie). Elles aboutissent toutefois à la distinction de trois catégories de d_{50} :

- Les perlites de granulométrie assez grossière, avec de nombreuses particules de grandes tailles, de l'ordre de 100 à 200 μm .
- Certaines diatomites fluxées qui semblent former des amas de frustules soudés entre eux. La taille de ces amas est de l'ordre de 40 à 60 μm , tandis que les frustules ont une taille proche de 10 μm .
- Les diatomites calcinées présentant systématiquement les granulométries les plus fines. Elles sont généralement identiques ou légèrement supérieures à la granulométrie de Clarcel CBL dont le d_{50} est de 10 μm (donnée CECA, 1996).

4.3.4. Propriétés physiques : absorption et compacité

Dans le cadre des formulations théoriques et expérimentales des bétons (mais aussi pour les mortiers et les pâtes), il est primordial de connaître la compacité et l'absorption des poudres. La compacité est une donnée de base nécessaire pour les calculs des formulations théoriques des mélanges (cf. § 53) ; l'absorption des constituants et des kieselguhrs permet, quant à elle, de connaître le volume d'eau efficace présent dans une gâchée, avec une relative précision.

4.3.4.1 – Données bibliographiques (rappel)

Comme cela vient d'être abordé précédemment, les diatomites sont formées de particules qui s'apparentent souvent à des coques creuses. On y distingue donc plusieurs types de porosité : la porosité intraparticulaire et la porosité interparticulaire dont la somme constitue la porosité totale.

Peu de données ont été retrouvées dans la bibliographie. Gaboriau (Gaboriau et al., 1997) a étudié la porosité totale de certaines diatomites naturelles, industrielles calcinées et fluxées, par le biais de mesures de porosimétrie au mercure, de tassement des poudres et de centrifugation. D'autre part, Freeman a mis au point un procédé, appelé EBV (Effective Bed Voidage) qui permet de mesurer la porosité intraparticulaire des diatomites utilisées en filtration dans le domaine agro-alimentaire (cf. § 422).

Le tableau 42 ci-après reprend les valeurs obtenues par Gaboriau et Freeman.

Tableau 42 : Propriétés physiques des diatomites

	Diatomite naturelle	Diatomite calcinée	Diatomite fluxée
Porosité totale au mercure [1]	72.18	80.56	77.49
Porosité par tassement [1]	76.2	85.2	81.3
Porosité par centrifugation [1]	82.6	86.2	81.3
Effective Bed Voidage [2]	-	19	56

[1] d'après Gaboriau et al.

[2] d'après Freeman

4.3.4.2 – Données expérimentales

Mesure de l'absorption interne par évaporation d'eau

Au début de ce chapitre (cf. § 423) on a présenté une méthode, mise au point au cours de cette étude, qui permet d'apprécier la quantité d'eau retenue par les particules d'une poudre.

Les essais ont été appliqués à plusieurs reprises sur différents échantillons, pour s'assurer de la reproductibilité des mesures. Concernant trois des composants d'un kieselguhr et les deux kieselguhrs recyclés, les valeurs expérimentales de l'absorption obtenue par évaporation d'eau figurent dans le tableau suivant (tab.43).

Les précédentes valeurs ont été confrontées aux données bibliographiques, notamment les valeurs de EBV, pour permettre d'établir les valeurs qui seront finalement retenues.

Tableau 43 : Absorptions mesurées expérimentalement par évaporation d'eau et valeurs retenues

Désignation	Nature	Ab mesurée	Ab retenue
Perlite	Perlite	0.14	0.15
Clarcel CBL	Diatomite calcinée	0.44	0.45
Dic/B	Diatomite fluxée	0.19	0.20
D1-500°C	filtres	0.40	0.35
D2-500°C	filtres	0.38	0.35

On remarque que ces produits présentent une très forte absorption, bien supérieure à celle que l'on rencontre couramment dans des granulats du type des gravillons (Ga 8/20 a une absorption de 0.0275).

On constate également des différences importantes entre les trois produits de base. La perlite et les diatomites fluxées (Dic/B) ont une absorption voisine (0.15 et 0.20) alors que la diatomite calcinée a une absorption deux fois supérieure (0.45)

Les kieselguhrs ont une absorption intermédiaire comprise entre les valeurs d'absorption des diatomites calcinées et fluxées. D'ailleurs, si on cherche à retrouver l'absorption moyenne des kieselguhrs à partir de leur composition (30% de perlite et de diatomite fluxée, et 70% de diatomite calcinée), on retrouve une valeur proche de 0.37.

Mesure de la compacité par la demande en eau

La compacité des principaux constituants d'un kieselguhr a été mesurée grâce à la détermination de la demande en eau-pâte lisse (cf. § 422). Les valeurs obtenues pour trois produits neufs (Perlite, Clarcel CBL, DIC/B) et deux produits recyclés figurent dans le tableau suivant (tab. 44). Elles ont ensuite permis de calculer les compacités des produits en tenant compte de leurs absorptions respectives (mesures précédentes).

Tableau 44 : Demande en eau et compacité des diatomites et perlite

Désignation	Nature	Demande en eau	Compacité
Perlite	Perlite	0.75	0.42.
Clarcel CBL	Diatomite calcinée	1.16	0.39
DIC/B	Diatomite fluxée	0.99	0.36
D1-500°C	filtres	1.03	0.42
D2-500°C	filtres	1.46	0.29

Malgré les différences constatées au niveau des valeurs de demande en eau, les compacités des différents kieselguhrs sont globalement identiques (proche de 0.40), et remarquablement faibles. Le kieselguhr D2-500°C est cependant nettement moins compact, avec une compacité de 0.30. La raison peut être l'utilisation d'un produit d'une compacité plus faible que la perlite, les diatomites calcinées ou fluxées étudiées ici.

4.3.4.3 - Bilan

Les informations recueillies sur le procédé industriel des kieselguhrs avaient indiqué (cf. § 3132) que les deux types de diatomites ont une forte porosité qui s'exprime essentiellement par une forte porosité intragranulaire dans le cas de la diatomite calcinée, et une forte porosité intergranulaire dans le cas des diatomites fluxées.

Cette différence marquée entre les diatomites calcinées et fluxées a des répercussions sur l'absorption et la compacité des poudres. Les diatomites calcinées ont en effet une forte absorption du fait de leur porosité intragranulaire, tandis que les diatomites fluxées ont une faible compacité liée à leur grande porosité intergranulaire (valeur de EBV). Inversement, les diatomites calcinées ont une compacité légèrement plus élevée et les diatomites fluxées ont une absorption plus faible.

Les perlites se rapprochent, de par leurs propriétés physiques, des diatomites fluxées. Elles ont une absorption relativement faible (comparées aux kieselguhrs), du fait de leurs formes en esquilles essentiellement (cf. § 433 précédent). Cette morphologie particulière ne permet pas non plus un empilement très compact, comme le confirme la valeur de compacité obtenue (0.42).

4.4. ETUDE DE LA REACTIVITE PAR DES METHODES PHYSICO-CHIMIQUES

4.4.1. Mesure de la pouzzolanicité par conductivimétrie

Le principe de l'essai a été décrit dans le paragraphe bibliographique (cf. § 424) et il a été effectué d'après les indications données par les auteurs (LUXAN et al., 1989).

Les mesures physiques ont été réalisées avec un résistivimètre utilisant un pont de Kohlrausch. La formule suivante permet de retrouver la conductivité à 25°C à partir de la résistivité mesurée à 40°C. Elle tient compte de la correction de température, des caractéristiques instrumentales et du changement d'unité.

$$c = \frac{1000 * K}{1.296 * R} \quad (4-4)$$

où : c est la conductivité corrigée à 25°C, en mS/cm,

R est la résistivité mesurée à 40°C, en Ω ,

K est une constante instrumentale égale à 0.75 dans notre cas (la résistivité $\rho = R/0.75$),

1.296 est la correction de température.

La solution saturée était de l'eau de chaux obtenue à partir d'un lait de chaux. Les mesures initiales (proche de 7.7 mS/cm) et finales, faites au bout de 120 secondes, permettent de calculer les différences de conductivité. Les résultats obtenus pour tous les échantillons figurent dans le tableau n° 45.

Les différences de conductivité mesurées durant les deux premières minutes sont très variables suivant les échantillons. D1 calciné à 500°C possède la plus grande valeur (3.6mS/cm), loin devant les perlites qui présentent pourtant des valeurs encore élevées (1mS/cm). Les diatomites calcinées ont une réactivité un peu plus faible (valeur proche de 0.8mS/cm), mis à part Speed Flow, et les diatomites fluxées présentent enfin les réactivités les plus faibles. L'échantillon D2 (mélange de diverses diatomites et d'une perlite) calciné à 500°C se situe à un niveau intermédiaire.

Lorsque l'on compare ces valeurs avec les diffractogrammes des échantillons correspondants, on remarque qu'il existe une corrélation entre la présence de silice amorphe et la réactivité mesurée au bout de deux minutes. Dans les premiers instants de la réaction pouzzolanique la silice amorphe fixe très rapidement le calcium, tandis que la cristobalite réagit peu en raison de sa structure cristallographique, mieux organisée.

4.4.2. Mesure de la pouzzolanité par l'essai Chapelle accéléré à 100°C.

Le principe de cet essai et ses différentes variantes (cf. § 424) ont également été évoqués dans le paragraphe « recherche bibliographique ».

On a opté pour une réaction faisant intervenir un gramme de pouzzolane avec un gramme de chaux éteinte. La pouzzolane et la chaux sont mises dans 200ml d'eau distillée que l'on fait bouillir durant 16 heures. Le matériel utilisé est un erlenmeyer à col rodé de 300ml, surmonté par un réfrigérant destiné à condenser la vapeur et donc maintenir le volume de solution constant.

Après 16 heures, la solution est mise à refroidir jusqu'à une température d'environ 60°C. La chaux en excès est alors entièrement solubilisée avec 800ml d'une solution de saccharose (60g dans 800ml d'eau). Il est important de bien rincer l'erlenmeyer et de bien agiter les fines en suspension avec la solution de saccharose, afin de faire passer tout le calcium en solution.

La nouvelle solution ainsi obtenue est filtrée. On dose alors le calcium du soluté par complexométrie à l'EDTA disodique et l'emploi d'un indicateur métallochrome, le réactif de Patton & Reeder (acide hydroxy-2(hydroxy-2 sulfo-4 naphthylazo-1)-1naphthoïque-3, pur).

Le dosage s'effectue de la manière suivante :

- prélèvement de 25 ml de solution, qu'on tamponne à un pH fortement basique par ajout de 5 ml d'une solution de soude à 2 mol/l.

- ajout d'une pointe de spatule de réactif de Patton & Reeder dans la prise d'essai précédente. A pH très basique et en présence de calcium, cet indicateur métallochrome prend une couleur pourpre.

- dosage du calcium par ajout progressif d'EDTA disodique, jusqu'au virage de la teinte pourpre à une teinte bleu foncé. On note V_{EDTA} , le volume nécessaire pour atteindre cette équivalence.

- la masse de chaux restante en solution est donnée par la relation suivante, sachant que le volume final de solution est de un litre (200ml initiaux + 800ml de solution de saccharose).

$$m\text{Ca}^{2+} = 74 \left(\frac{0.001 * V_{\text{EDTA}}}{0.025} \right) \quad (4- 5)$$

où : $m\text{Ca}^{2+}$ est la masse de calcium restant en solution,
 V_{EDTA} est le volume nécessaire pour atteindre l'équivalence,
 74 est la masse molaire de la chaux éteinte,
 0.001 est la concentration de la solution d'EDTA utilisé, en mol/l,
 0.025 est le volume de la prise d'essai.

La masse initiale de chaux est de 1g, on en déduit par différence la masse de chaux consommée par gramme de pouzzolane.

Les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau suivant (tab. 45) et la figure suivante (fig. 57).

Tableau 45 : Réactivité pouzzolanique mesurée par conductivimétrie et l'essai Chapelle

Nom	Nature	Différence de conductivité (mS/cm à 25°C)	Essai Chapelle Chaux fixée (mg/g)
Perlite	Perlite	1.276	508
4108	Perlite	0.931	434
Clarcel CBL	Diatomite calcinée	0.716	792
Clarcel CBR	Diatomite calcinée	0.803	770
Speed Flow	Diatomite calcinée	0.424	667
Sup Aid	Diatomite calcinée	0.893	792
UF	Diatomite calcinée	0.897	716
Clarcel DIC/B	Diatomite fluxée	0.285	523
5000	Diatomite fluxée	0.543	521
Speed Plus	Diatomite fluxée	0.424	594
D1-500°C	Filtre	3.587	697
D2-500°C	Filtre	0.522	646

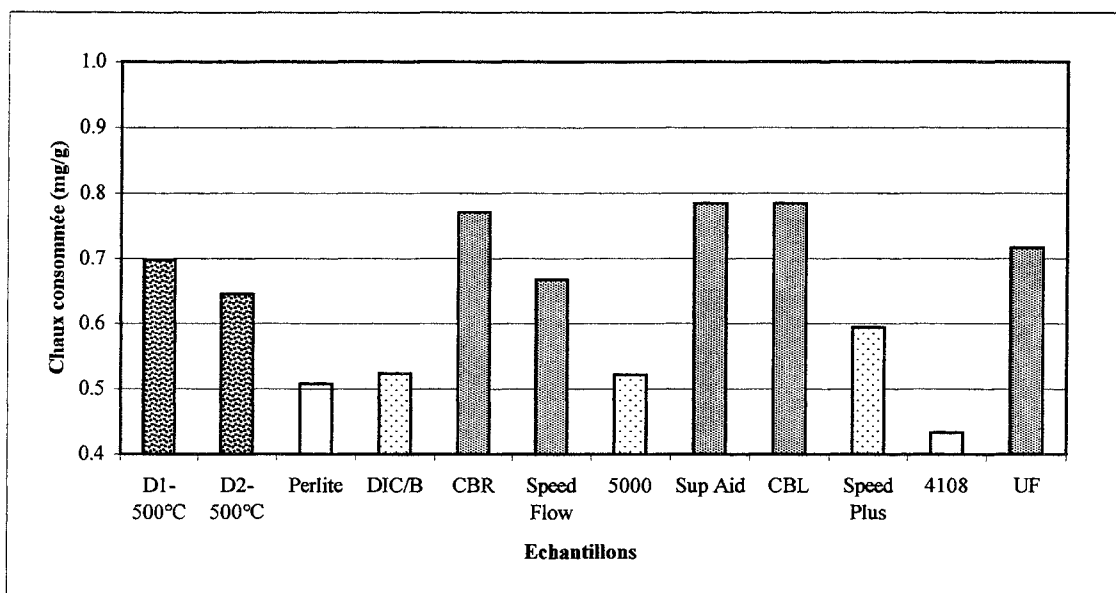


Figure 57 : réactivité des différents adjuvants de filtration au cours de l'essai Chapelle accéléré à 100°C

Les résultats obtenus donnent des valeurs bien plus homogènes que celles des essais de conductivité. Dans le court terme (les premiers jours), censé être simulé par l'essai Chapelle, les diatomites calcinées présentent la plus forte réactivité, devant les diatomites fluxées et les perlites. Les kieselguhrs D1 et D2 ont des réactivités intermédiaires qui reflètent assez bien la réactivité des trois composants dont ils sont le mélange.

A travers cet essai, on note que la cristobalite (dic/B ; Dicalite 5000 et Speed Plus) fixe du calcium dans des proportions appréciables (environ 0.5g de chaux par gramme de produit) comme l'indiquent également les travaux de Pichon (§3271, Pichon, 1994). L'opale (CBR ; speed Flow ; Sup Aid ; CBL et UF) demeure cependant le produit le plus réactif.

Afin d'être certain de la pertinence du dosage, et de pouvoir éventuellement comparer les produits néoformés avec ceux retrouvés dans les mortiers (cf. § 45), le filtrat obtenu à la fin d'un essai réalisé avec de la perlite a été observé et analysé par microscopie électronique à balayage. Le filtrat a été séché à l'étuve à 40°C (pour ne pas altérer les éventuels produits hydratés, formés) durant 3 à 4 heures puis placé sous vide d'air, pour éviter toute carbonatation, jusqu'à l'observation au MEB.

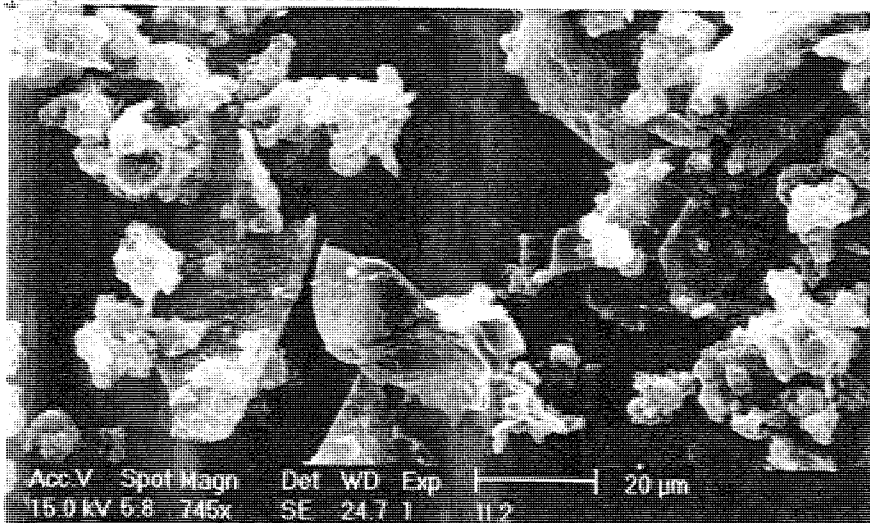


Figure 58 : Observation au MEB de perlites ayant réagi avec de la chaux

Les observations (fig. 58) ont clairement montré que les fragments de perlite ont réagi pour former à leur surface un fin enduit riche en calcium. Des granules de petites tailles se sont également formés et ont une composition qui permet de les apparenter à des CSH. Enfin, on ne retrouve plus de trace de la chaux initiale, ce qui permet de confirmer la pertinence du dosage : toute la chaux libre restante a donc été effectivement dosée.

4.4.3. Bilan

Les valeurs obtenues avec les essais de conductivimétrie présentent une assez grande dispersion. De grandes tendances apparaissent tout de même et indiquent que les produits les plus aptes à fixer de la chaux sont les perlites ($\Delta=1.103$ mS/cm) suivies des diatomites calcinées, riches en opale, ($\Delta=0.746$ mS/cm) et des diatomites fluxées ($\Delta=0.417$ mS/cm), recristallisées en cristobalite. A titre de comparaison, des essais réalisés sur de la silice micronique (Sikacrete HD) et des cendres volantes (centrale EDF de Blénod-les-Pont-à-Mouson, M.&M^{lle}.) donnent respectivement des valeurs de 0.707 mS/cm et 0.473 mS/cm.

Pour les auteurs de l'essai (LUXAN et al., 1989), nos produits seraient classés comme étant « non pouzzolaniques » ($\Delta < 0.4$ mS/cm) ou à « pouzzolanité variable » ($0.4\text{mS/cm} < \Delta < 1.2\text{mS/cm}$) alors que la silice micronique testée est censée être très réactive. Dans ce cas la légère baisse de nos valeurs expérimentales comparées à celles des auteurs, seraient peut être due aux conditions opératoires. On peut donc considérer que nos données semblent indiquer une bonne réactivité de nos produits, plus particulièrement pour ce qui concerne les perlites et diatomites calcinées.

Cette tendance se confirme avec les valeurs obtenues au cours de l'essai Chapelle accéléré à 100°C qui confirme l'existence de propriétés pouzzolaniques importantes entraînées par la formation de CSH. Il permet aussi de distinguer diverses catégories de réactivité à la chaux, grandement liées à la nature ou au traitement industriel des produits. Les diatomites calcinées ont toujours un niveau de réactivité élevé (747.4 mg/g de chaux fixée), mais celui des perlites est devenu proche (471 mg/g) de la réactivité des diatomites fluxées (546 mg/g).

Ces essais physico-chimiques mettent en évidence le caractère pouzzolanique des différents adjuvants de filtration employés en brasserie et l'existence de différents niveaux de réactivité à la chaux qui coïncident avec la nature des produits, comme le confirment des analyses diffractométriques (cf. § 432).

Le comportement de la perlite est assez ambigu puisque suivant l'essai, elle serait considérée comme étant plus ou moins réactive que l'opale. Très réactive dans le court terme, elle le serait nettement moins à moyenne échéance supposée être représentée par l'essai Chapelle.

Les études menées sur les mélanges de ces différentes poudres avec des liants hydrauliques permettront de distinguer l'essai qui donne les résultats les plus conformes à la réalité.

4.5. ETUDE DE LA REACTIVITE PAR DES ESSAIS MECANQUES SUR DES MORTIERS

4.5.1. But des essais

Le but essentiel des essais est d'analyser l'incidence globale de l'incorporation des diatomites et perlites dans les mortiers, à court, moyen et long terme. Les modifications des propriétés physiques et chimiques entraînées par l'ajout de ces pouzzolanes se répercutent sur les résistances mécaniques (compression et traction). Leur exploitation combinée, tenant compte de paramètres physiques, permet alors une quantification relative de la réactivité de ces différentes poudres lorsqu'elles sont incorporées dans un mélange hydraulique.

Cette étude est d'abord menée en faisant réagir les différents produits avec un ciment susceptible de libérer une importante quantité de chaux, en l'occurrence un CEM I (CPA). Ces conditions (milieu fortement basique très riche en chaux) sont les plus favorables pour confronter les résultats obtenus avec ceux issus des essais physico-chimiques. Elles constituent aussi la référence de la réaction entre les kieselguhrs et le clinker. Dans ces deux cas de figure on met en évidence la potentialité des diatomites et de la perlite à fixer de la chaux pour former des CSH.

Il peut être également intéressant de mener une étude similaire avec d'autres types de ciment plus couramment utilisés dans l'industrie du BTP, mais libérant moins de chaux lors de l'hydratation. Des mélanges ont été testés avec un CEM II (CPJ) et un CEM III (CLK), toujours dans le but de quantifier et d'analyser les conséquences au niveau de la résistance mécanique.

Une remarque importante est à formuler à ce stade. De par leurs propriétés particulières (absorption, porosité, formes aciculaires de certains éléments) les kieselguhrs modifient de façon importante la demande en eau, le volume d'air entraîné... dans des proportions qui ne peuvent être déterminées au préalable. La formule réelle de chaque mortier est donc différente de la formule prévue. Par conséquent, les performances seront normées dans le même référentiel volumique pour établir des comparaisons valides entre essais et témoins.

4.5.2. Plan expérimental

Essais de base, classification des produits et évolution dans le temps

Les essais sur mortiers ont été réalisés en deux étapes imbriquées. Tout d'abord, une recherche des tendances a été menée en présence de CEM I sur les 10 poudres dont on disposait afin de dégager les principaux comportements et de vérifier s'ils se corrélaient aux résultats des essais physico-chimiques (cf. § 44). Ensuite, un échantillon représentatif de chaque famille de produit a été testé avec les deux autres ciments CEM II et CEM III.

Au vu des résultats préliminaires déjà obtenus sur des mortiers (cf. § 323), les pouzzolanes ont été incorporées sous forme de poudres sèche en remplacement du ciment à raison de 10% de son volume. Ceci représente en masse un dosage de 405g de ciment et de 30g de

pouzzolane (masse volumique du ciment : 3.1g/cm^3 ; masses volumiques des pouzzolanes supposées identiques : 2.1g/cm^3). Cette valeur a été choisie suffisamment élevée pour que l'effet des ajouts se fasse ressentir au niveau des performances du mortier. Toutefois, l'objectif final de ces travaux étant la formulation de bétons, il fallait également garder une valeur compatible avec ce qui est industriellement envisageable.

Les mortiers d'essais et les témoins ont été réalisés à maniabilité constante par ajustement de la quantité d'eau. La maniabilité de référence (environ 10 secondes) pour chaque série d'essais a été définie comme étant celle du mortier témoin (mortier normal à C/E=2 incorporant le même ciment). Les maniabilités ont été mesurées avec un maniabilimètre à mortier LCL et ont permis de fixer les formules de chaque mortier (tableau 46).

Tableau 46 : Formules des différents mortiers réalisés.

Ciment utilisé	Pouzzolane incorporée	Masse de ciment (g)	Masse de pouzzolane (g)	Masse d'eau (g)
CEM I	-	450	0	225
CEM I	Perlite	405	30	241
CEM I	4108	405	30	241
CEM I	CBL	405	30	246
CEM I	CBR	405	30	237
CEM I	Speed Flow	405	30	237
CEM I	Sup Aid	405	30	242
CEM I	UF	405	30	243
CEM I	DIC/B	405	30	238
CEM I	5000	405	30	237
CEM I	Speed Plus	405	30	239
CEM II	-	450	0	225
CEM II	Perlite	405	30	245
CEM II	Speed Plus	405	30	241
CEM II	UF	405	30	239
CEM III	-	450	0	225
CEM III	Perlite	405	30	250
CEM III	Speed Plus	405	30	241
CEM III	UF	405	30	239

Le fait d'ajuster la maniabilité par ajout d'eau conduit à une modification de tous les dosages au m^3 de la formule.

Des essais mécaniques en traction par flexion et en compression sont prévus à différentes échéances sur les essais et les mortiers témoins. A ce stade il est alors intéressant de ramener les valeurs brutes des essais à celles de leurs témoins respectifs, afin d'observer l'évolution des propriétés mécaniques dans le temps. Il s'agit là d'une première analyse globale qui ne peut pas permettre de quantifier l'apport réel des diatomites, car le mortier normal a des propriétés trop éloignées de ceux des essais (C/E et dosage en ciment différents...).

- Estimation de l'incidence réelle de l'incorporation des pouzzolanes sur les mortiers

L'étude approfondie des propriétés mécaniques apportées par l'adjonction de diatomites et perlites dans un mortier est réalisée à l'échéance de 28 jours. Elle débute par la recherche des formules effectives des mortiers confectionnés. En effet, les propriétés physiques des pouzzolanes (forte demande en eau, faible compacité) de surcroît très variables, ont nécessité l'élaboration de formules avec divers dosages en eau, modifiant ainsi les volumes des gâchées et leurs formules relatives. Ce phénomène est encore accentué par des fluctuations importantes des volumes d'air occlus qui entraînent à leur tour des variations du volume total de la gâchée. Afin de pouvoir mieux cerner le rôle respectif des facteurs responsables des

performances mécaniques des mortiers, il est important d'ajuster les formules étudiées dans un même référentiel, le mètre cube (Lecomte, 1998).

Cette méthode permet justement de déterminer les volumes d'air entraîné et les formules réelles des mortiers en faisant également abstraction de l'eau absorbée par les pouzzolanes. Elle consiste à comparer la masse volumique expérimentale du mortier frais, avec sa masse volumique théorique calculée à partir des propriétés physiques (masse volumique absolue, absorption) et des masses des différents constituants incorporés.

En tenant compte de l'absorption des poudres, le rapport C/E_{eff} (E_{eff} , l'eau efficace est l'eau qui est réellement présente entre les grains du mortier) de chaque mortier à base de pouzzolane peut être déterminé et il sera possible de le comparer à un mortier similaire ayant le même rapport C/E_{eff} , une maniabilité identique et un dosage en ciment sensiblement équivalent mais n'incorporant pas de pouzzolane. Ceci nous oblige donc à rechercher la résistance en compression théorique de ce mortier de « référence » en fonction de rapports C/E_{eff} donnés.

On choisit pour cela d'établir la relation qui lie la résistance en compression d'un mortier à son rapport C/E_{eff} , en se basant sur une série de points expérimentaux précis plutôt que d'utiliser directement la formule de Bolomey, plus théorique.

De nouveaux mortiers à divers C/E_{eff} sont donc nécessaires pour étalonner une relation pour chacun des trois ciments. Pour faire varier le rapport C/E , il est possible de garder constant l'un des deux termes et de modifier la valeur de l'autre. En jouant sur le volume d'eau, la maniabilité risque de changer. Il est donc préférable de fixer le dosage en eau et changer les proportions de ciment. Selon la règle de Lyse (Lyse, 1932), la maniabilité d'un mélange hydraulique reste quasi inchangée si on garde la même proportion volumique d'eau. En se basant sur ce principe les points expérimentaux des mortiers de « référence » passeront donc par l'élaboration de formules pré-établies directement ajustées au m^3 final.

Cette étude va alors permettre de mesurer globalement le gain ou la perte de résistance qu'entraîne l'adjonction de perlites et diatomites et ne reflétera que partiellement la réactivité des produits. En effet, cette différence de résistance mécanique résulte de l'action de plusieurs facteurs. Le rétablissement au m^3 des formules de mortier permettra d'apporter quelques éléments de réponse, en mettant en évidence les différences de compacité et de volume d'air entraîné.

- Estimation de la réactivité des pouzzolanes -

Dans cette dernière partie, toujours effectuées sur les mortiers de 28 jours, il s'agira de calculer un coefficient destiné à rendre essentiellement compte de l'activité chimique des pouzzolanes, en dehors de leur effet entraîneur d'air et décompactant. L'utilisation de la loi de Férét (Férét, 1892) paraît appropriée dans ce contexte puisqu'elle permet de calculer la résistance d'un mélange hydraulique en intégrant le volume d'air présent dans le mortier.

$$R_c = K \left(\frac{c}{c + e + a} \right)^2 \quad (4-6)$$

où : R_c est la résistance en compression en MPa,
 K est une constante dépendante du ciment et du sable,
 c est le volume de ciment en litres,
 e est le volume d'eau utile en litres,
 a est le volume d'air entraîné en litres.

K est une constante dépendante de la résistance mécanique du couple sable-ciment. Elle est préalablement déterminée, pour chacun des ciments, à partir des résistances mécaniques des mortiers n'incorporant pas de pouzzolanes.

$$K = \frac{R_c}{\left(\frac{c}{c+e+a}\right)^2} \quad (4-7)$$

En partant de la formulation générale de la loi, il est possible de lui rajouter un terme correspondant aux pouzzolanes et qu'il sera possible de pondérer avec un coefficient « q » suivant leur activité.

$$R_c = \left(\frac{c+qd}{c+qd+e+a}\right)^2 \quad (4-8)$$

où : q est le coefficient qui caractérise l'activité des pouzzolanes,
d est le volume de pouzzolane en litres.

Le coefficient q, caractéristique de l'activité des pouzzolanes se retrouve à partir de la formule précédente.

$$q = \frac{\left(\frac{(e+a)\sqrt{\frac{R_c}{K}}}{1-\sqrt{\frac{R_c}{K}}}\right) - c}{d} \quad (4-9)$$

Les volumes des constituants utilisés dans l'ensemble des relations sont tirés des formules de mortiers ajustées au m³ afin de rendre cohérent l'ensemble des valeurs de q.

On obtient finalement une valeur du coefficient q pour les différents types de pouzzolanes incorporée avec chacun des ciments.

4.5.3. Conditions expérimentales

4.5.3.1 – Confection et conservation des éprouvettes de mortier

- Les témoins réalisés, sans adjonction de diatomite ou perlite, avec les ciments CEM I, CEM II, CEM III ont été formulés suivant la norme NF P 15-403 (1350g de sable ; 450g de ciment ; 225g d'eau).
- Les diatomites et perlites sont rajoutées aux mortiers sous forme de poudres sèches.

- La confection des éprouvettes a systématiquement été réalisée suivant le protocole défini par la norme NF P 15-401, avec l'emploi d'un sable normalisé allemand (DIN EN 196-1, *Hans-Böckler, D-59269 BECKUM*).
- Les ciments utilisés ont été prélevés à la cimenterie des « Ciments Luxembourgeois » d'Esch-sur-Alzette début avril 1998. Il s'agit des ciments CEM I 42.5 R, CEM II/BS 42.5 et CEM III/A 42.5.
- Jusqu'au démoulage à 24 heures, les moules sont conservés dans un sac étanche, hermétiquement fermé, et à une température ambiante comprise entre 20 et 21°C. Au delà, les éprouvettes ont été immergées dans une piscine thermostatée à 20°C.

4.5.3.2 – Essais de résistances mécaniques

Toutes les éprouvettes sont cassées en traction par flexion, suivant les prescriptions de la norme EN 196-1. La valeur « R_t » de la résistance à la traction par flexion est directement donnée par l'appareil qui effectue l'essai.

Les deux demi-prismes de l'éprouvette obtenus après la rupture par flexion sont rompus en compression suivant les prescriptions de la norme EN 196-1. La résistance en compression « R_c » est calculée à partir de l'effort de rupture (cf. § 217, relation n°2 -21).

4.5.4. Evolution dans le temps de la résistance mécanique des mortiers

4.5.4.1 - Réactivité des échantillons avec un ciment riche en clinker : CEM I 42.5 R

Avec les formules présentées dans le paragraphe 452 (tab. 46), plus d'une centaine d'éprouvettes ont été confectionnées et cassées aux échéances de 1 ; 2 ; 5 ; 28 et 90 jours. Chaque éprouvette a donné une valeur de résistance en traction par flexion et deux valeurs de résistance en compression.

Les tableaux suivants (tableaux 47a et 47b) sont la synthèse de toutes les valeurs obtenues (2 éprouvettes par formule et par échéance). Les mortiers sont identifiés par le nom commercial de la diatomite ou de la perlite qu'ils comportent (cf. § 431) ou par la nomenclature « Témoin » s'il s'agit du mortier normal. Pour chaque échéance figurent les valeurs de résistances mécaniques en MPa, ainsi que les valeurs relatives correspondantes exprimées en pourcentage par rapport aux témoins du même âge.

Enfin, le bas du tableau reprend les moyennes des valeurs précédentes, regroupées par catégories d'origine (perlite ou diatomite) ou de traitement industriel (diatomite calcinée ou fluxée).

Tableau 47a : Essais avec le CEM I, valeurs de résistance en traction – en italique, résistance relative correspondante

Echantillons	C/E	Résistance à la traction en MPa (échéances en jours)									
		1	%	2	%	5	%	28	%	90	%
TEMOIN	2.00	2.86	100	4.26	100	6.15	100	8.9	100	9.4	100
Perlite	1.68	2.20	76.7	3.53	82.7	4.60	74.8	7.60	85.4	9.35	99.5
4108	1.68	2.13	74.3	3.73	87.4	4.78	77.7	7.4	83.1	10.20	108.5
CBL	1.65	2.55	88.9	4.03	94.4	5.80	94.3	9.20	103.4	10.05	106.9
CBR	1.71	2.43	84.8	4.05	94.9	5.80	94.3	8.9	100	9.70	103.2
Speed Flow	1.71	2.43	84.8	3.60	84.4	4.95	80.5	8.55	96.1	9.45	100.5
Sup Aid	1.67	2.35	82.0	3.90	91.4	5.75	93.5	9.45	106.2	9.20	97.9
UF	1.67	2.30	80.2	2.40	56.2	5.2	84.6	8.85	99.4	9.80	104.3
DIC/B	1.70	2.23	77.8	3.68	86.2	3.45	56.1	7.75	87.1	9.00	95.7
5000	1.71	2.00	69.8	3.45	80.9	3.78	61.5	6.85	77.0	8.55	91.0
Speed Plus	1.69	2.33	81.3	3.48	81.6	5.10	82.9	7.95	89.3	-	-
		1	%	2	%	5	%	28	%	90	%
PERLITE	1.68	2.16	75.5	3.63	85.1	4.69	76.3	7.5	84.3	9.77	104.0
D. CALCINEE	1.68	2.41	84.1	3.60	84.3	5.50	89.4	8.99	101.0	9.64	102.6
D. FLUXEE	1.70	2.19	76.3	3.54	82.9	4.11	66.8	7.52	84.5	8.77	93.4

Tableau 47b : Essais avec le CEM I, valeurs de résistance en compression – en italique, résistance relative correspondante

Echantillons	C/E	Résistance à la compression en MPa (échéances en jours)									
		1	%	2	%	5	%	28	%	90	%
TEMOIN	2.00	14.23	100	26.76	100	41.93	100	61.87	100	71.09	100
Perlite	1.68	10.06	70.7	19.69	73.6	28.84	68.8	44.63	72.1	53.05	74.6
4108	1.68	10.77	75.7	20.22	75.6	29.84	71.2	42.44	68.6	52.81	74.3
CBL	1.65	10.97	77.1	21.17	79.1	32.48	77.5	54.38	87.9	58.71	82.6
CBR	1.71	12.03	84.6	22.14	82.7	33.36	79.5	42.25	68.3	59.15	83.2
Speed Flow	1.71	11.02	77.4	21.47	80.2	33.63	80.2	49.22	79.5	59.78	84.1
Sup Aid	1.67	10.98	77.2	21.7	81.1	32.63	77.8	50.5	81.6	57.45	80.8
UF	1.67	10.38	72.9	21.04	78.6	32.05	76.4	50.50	81.6	60.15	84.6
DIC/B	1.70	10.58	74.4	19.81	74.0	31.09	74.1	46.00	74.3	54.29	76.4
5000	1.71	10.00	70.3	19.25	71.9	29.59	70.6	41.94	67.8	48.52	68.2
Speed Plus	1.69	10.55	74.1	19.98	74.7	30.1	73.5	41.31	66.8	52.40	73.7
		1	%	2	%	5	%	28	%	90	%
PERLITE	1.68	10.41	73.2	19.95	74.6	29.34	70.0	43.53	70.40	52.93	74.45
D. CALCINEE	1.68	11.07	77.8	21.50	80.4	32.83	78.3	49.36	79.8	59.05	83.06
D. FLUXEE	1.70	10.38	72.9	19.68	73.5	30.50	72.7	43.08	69.6	51.73	72.77

Dans chaque catégorie de produit (diatomites calcinée ou fluxée, perlite) les évolutions des résistances mécaniques des différents échantillons sont très homogènes. Pour rendre plus lisible les graphiques suivants (fig. 59 et 60), seuls les valeurs moyennes, relatives à chaque catégories, ont été reportées.

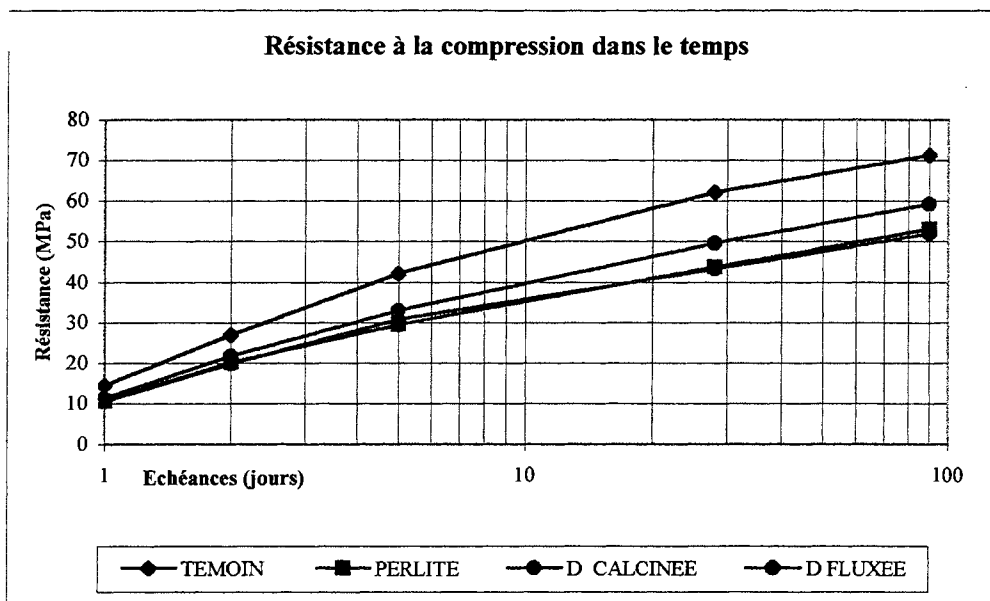


Figure 59 : Résistances en compression moyennes des mortiers de CEM I

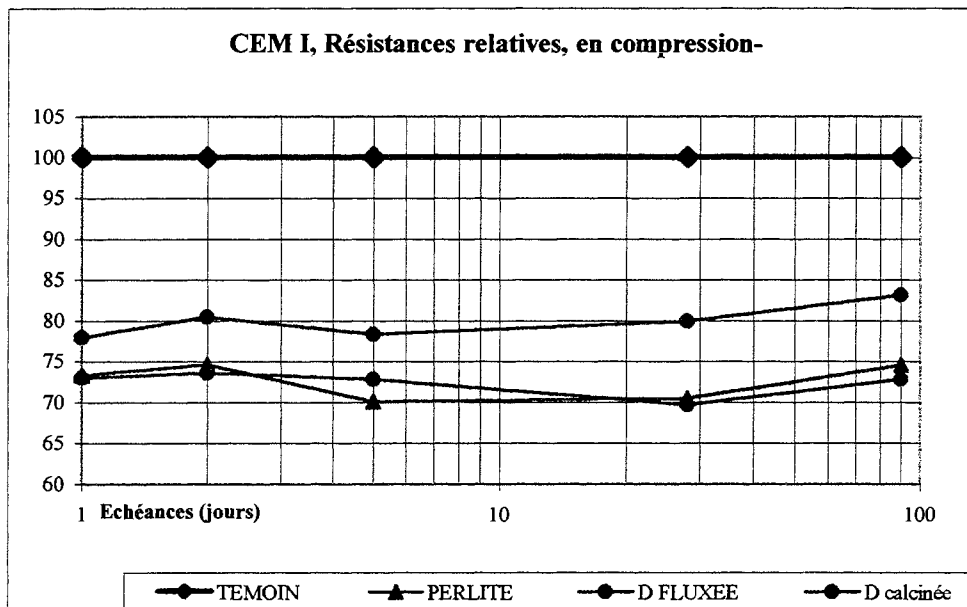


Figure 60 : Résistances relatives des mortiers incorporant différents types d'adjuvants de filtration, par rapport au témoin

4.5.4.2 - Réactivité des échantillons avec les : CEM II et CEM III

Un échantillon représentatif de chaque grande catégorie, perlite, diatomite calcinée et diatomite fluxée, a été sélectionné pour être testé dans des mortiers avec des ciments CEM II et CEM III. Le choix a été réalisé en fonction des résistances mécaniques obtenues dans les essais de mortier avec le ciment CEM I, mais aussi en fonction de l'aspect des diffractogrammes de chaque poudre qui donnent une bonne distinction entre les grands types de produits. Les produits retenus sont :

- pour les perlites, l'échantillon « Perlite » (Dicalite)
- pour les diatomites calcinées, l'échantillon « UF » (Dicalite)

- pour les diatomites fluxées, l'échantillon « Speed Plus » (Dicalite)

La quantité de produit disponible a fixé le nombre d'éprouvettes confectionnées. Les échéances ont été prises à 1 ; 2 ; 3 ; 5 ; 7 ; 14 ; 28 et 90 jours.

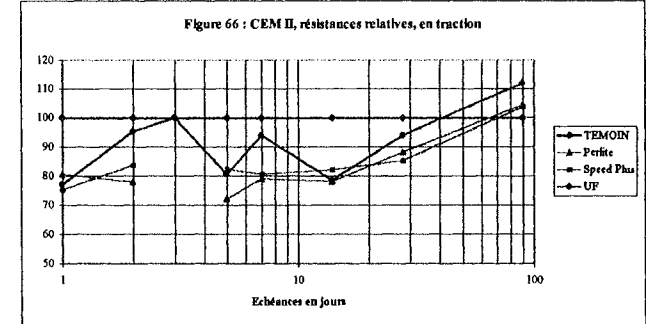
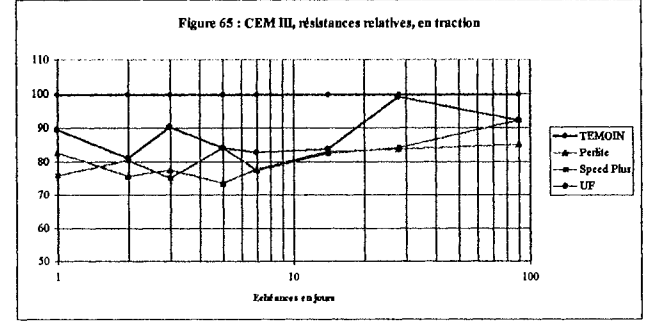
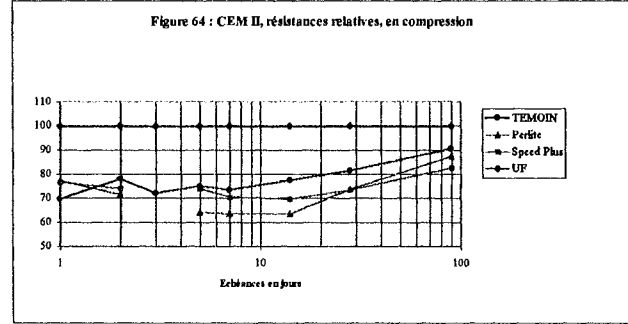
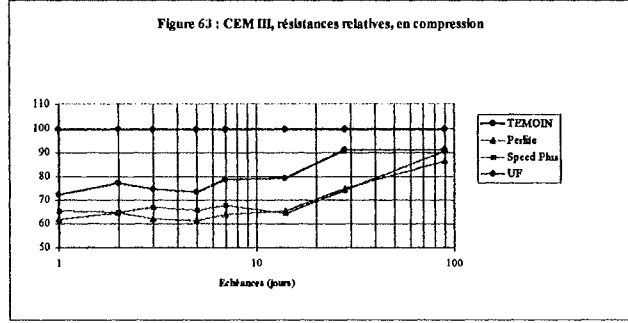
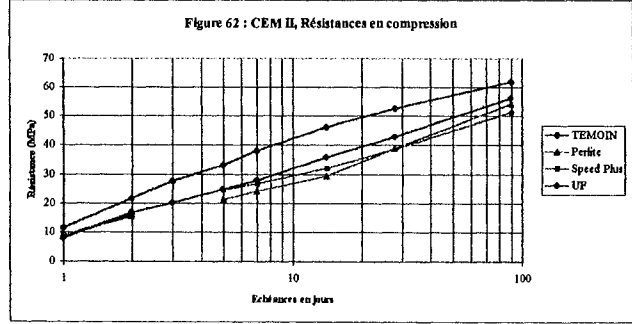
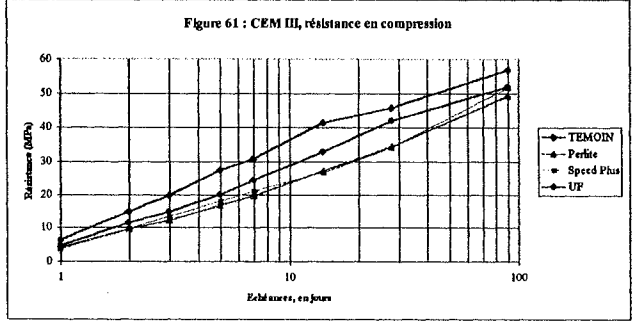
Comme pour les essais avec le CEM I, les valeurs obtenues figurent dans les tableaux suivants (tableaux 48a et 48b). Des courbes sont proposées (Figures 61 à 66). Elles montrent l'évolution des propriétés mécaniques au cours du temps des mortiers témoins et expérimentaux réalisés avec les CEM II et CEM III, mais aussi, à titre d'exemple les mélanges CEM I – poudres correspondantes.

Tableau 48a : Essais avec le CEM II et CEM III, valeurs de résistance en traction – en italique, résistance relative correspondante

Echantillons	C/E	Résistance à la traction en MPa (échéances en jours)															
		1	%	2	%	3	%	5	%	7	%	14	%	28	%	90	%
CEM II																	
TEMOIN	2.00	2.73	100	4.30	100	4.60	100	5.95	100	6.70	100	8.63	100	9.25	100	9.15	100
PERLITE	1.65	2.2	80.7	3.3	77.9	-	-	4.3	72.3	5.3	79.1	6.7	78.2	8.17	88.3	9.5	104
UF	1.69	2.1	77.1	4.1	95.4	4.6	100	4.8	80.7	6.3	94.0	6.8	78.8	8.7	94.0	10.2	112
Speed Plus	1.68	2.1	75.2	3.6	83.7	-	-	4.9	82.3	5.4	80.6	7.1	82.2	7.9	85.4	9.5	104
CEM III	2.00	1	%	2	%	3	%	5	%	7	%	14	%	28	%	90	%
TEMOIN	2.00	1.4	100	3.2	100	3.9	100	5.1	100	5.8	100	7.7	100	9.2	100	10.9	100
PERLITE	1.62	1.2	82.8	2.4	75.8	3.1	77.7	3.8	73.5	4.6	77.8	6.4	83.2	7.7	83.9	9.3	85.3
UF	1.69	1.3	89.7	2.6	81.2	3.55	90.4	4.3	84.3	4.85	82.9	6.5	83.9	9.1	99.2	10.0	92.2
Speed Plus	1.68	1.1	75.9	2.6	80.5	2.9	75.2	4.3	84.3	4.5	77.3	6.4	82.6	7.7	84.2	10.0	92.2

Tableau 48b : Essais avec le CEM II et CEM III, valeurs de résistance en compression – en italique, résistance relative correspondante

Echantillons	C/E	Résistance à la compression en MPa (échéances en jours)															
		1	%	2	%	3	%	5	%	7	%	14	%	28	%	90	%
CEM II																	
TEMOIN	2.00	11.5	100	21.7	100	27.8	100	33.2	100	38.0	100	46.2	100	52.7	100	62.1	100
PERLITE	1.65	8.9	77.4	15.5	71.6	-	-	21.3	64.3	24.2	63.6	29.5	63.8	38.9	73.9	54.3	87.4
UF	1.69	8.0	69.7	16.9	78.0	20.0	72.3	24.9	75.1	28.0	73.6	35.9	77.7	43.0	81.6	56.2	90.6
Speed Plus	1.68	8.9	76.9	16.1	74.2	-	-	24.6	74.1	26.9	70.7	32.2	69.7	38.7	73.5	51.3	82.6
CEM III		1	%	2	%	3	%	5	%	7	%	14	%	28	%	90	%
TEMOIN	2.00	6.5	100	14.9	100	20.0	100	27.6	100	31.0	100	41.6	100	46.0	100	57.0	100
PERLITE	1.62	4.0	61.8	9.6	64.6	12.4	61.9	16.9	61.2	19.8	63.9	27.2	65.5	34.6	75.1	49.4	86.6
UF	1.69	4.7	72.3	11.5	77.3	15.0	74.9	20.2	73.4	24.4	78.8	33.0	79.3	42.1	91.4	52.0	91.2
Speed Plus	1.68	4.3	65.4	9.7	64.9	13.4	67.1	18.1	65.8	21.1	67.9	26.8	64.4	34.2	74.3	51.8	90.9



4.5.4.3 - Premiers résultats bruts

Les résistances des mortiers témoins sont toujours supérieures à celles des essais.

La série de mortiers réalisés avec le ciment CEM I, montre clairement une réactivité différente des produits qui composent les filtres. Quel que soit l'âge des mortiers, ceux qui incorporent des diatomites calcinées ont toujours une résistance mécanique supérieure à ceux qui comportent des diatomites fluxées et des perlites. Ces derniers ont d'ailleurs des résistances en compression souvent très voisines.

Les résistances relatives à la compression des mortiers d'essais tendent à augmenter au cours du temps. Initialement proches de 77% de la résistance du témoin pour les mortiers à diatomite calcinée et 73% pour les essais incorporant des diatomites fluxées et des perlites, ces valeurs augmentent respectivement à 84 et 75% à 90 jours. L'augmentation de la résistance relative n'est pas régulière, mais passe par un maximum vers 2 à 3 jours puis un minimum vers 10 jours.

Les mortiers réalisés avec le CEM II et le CEM III confirment et accentuent parfois les tendances remarquées avec les mortiers de CEM I. On remarque en effet que les mortiers incorporant les diatomites calcinées ont systématiquement des résistances à la compression plus élevées que ceux à base de diatomite fluxée ou de perlite. Comme pour les essais effectués avec du CEM I, les mortiers incorporant de la perlite ou des diatomites fluxées ont généralement des performances mécaniques similaires.

Les résistances relatives à la compression augmentent dans le temps avec, notamment pour les essais incorporant UF, un petit sursaut relatif de résistance au deuxième jour de vieillissement. L'augmentation relative de la résistance entre le 1^{er} et le 90^{ème} jour est bien plus importante pour les ciments CEM II (+10%) et CEM III (+20%) que pour le ciment CEM I (+5 à 10%).

Les différents essais de résistance à la compression effectués à 90 jours montrent qu'à volume de ciment identique, la perte de résistance par rapport au témoin est minimale pour les mortiers à base de CEM III et de CEM II et qu'elle est généralement plus importante si on utilise un CEM I. La substitution de kieselguhrs en remplacement du ciment serait donc plus bénéfique avec du CEM III, puis du CEM II. La perte de résistance plus forte avec le ciment CEM I peut toutefois être expliquée par sa composition chimique (clinker à 90%) que les pouzzolanes ont plus de mal à compenser.

Cependant il faut relativiser ces données car l'ajout de diatomites ou de perlite a nécessité d'augmenter de façon importante l'eau de gâchage (dont une partie a été absorbée par les poudres) pour garder la maniabilité, ce qui a pour effet de diminuer le rapport C/E. Pour pouvoir évaluer de manière satisfaisante l'apport réel des perlites ou des diatomites, il est alors important de connaître quelle serait la résistance du témoin avec un rapport C/E, une maniabilité et un dosage en ciment, sensiblement équivalents. C'est l'objectif du paragraphe suivant.

4.5.5. Résistances des essais comparés aux témoins, à 28 jours

4.5.5.1 - Calcul des formules réelles, ramenées au m³

Comme cela a déjà été évoqué dans le plan expérimental (cf. § 452), la première étape vise à connaître avec le plus d'exactitude possible les dosages expérimentaux réellement effectués.

Les formules des mortiers cassés à l'échéance de 28 jours sont donc préalablement ajustées dans le même référentiel du mètre cube, par une série de calculs faisant notamment intervenir les masses volumiques du mortier frais et de certains de ces constituants. On va également tenir compte de l'absorption des poudres qui mobilise une partie de l'eau.

Les principaux résultats figurent dans les tableaux suivants (tableaux 49 à 51) et les grandes étapes de la méthode de calcul sont résumées ci-après.

A partir de la formule expérimentale de départ, on calcule la masse volumique théorique du mortier.

Mh_{tot} est la somme des masses humides de l'ensemble des constituants incorporés

V_{tot} est la somme des volumes des différents constituants incorporés (sachant que l'on connaît leurs masses volumiques)

$$MV_{théo} = \frac{Mh_{tot}}{V_{tot}} \quad (4-10)$$

On recherche également la quantité d'eau efficace dans la phase liante du mortier, E_{eff} . Elle correspond à l'eau totale moins l'eau absorbée par les constituants des mortiers.

$$E_{eff} = E_{tot} - \sum M_i \cdot Ab_i \quad (4-11)$$

La masse volumique expérimentale, $MV_{expé}$, est directement mesurée sur le mortier frais.

On calcule ensuite le coefficient « k » qui permet d'ajuster la formule expérimentale à un volume unitaire de 1 m³.

$$k = \frac{MV_{expé}}{Mh_{tot}} \quad (4-12)$$

où : $MV_{expé}$ est exprimé en g/cm³
 Mh_{tot} est exprimé en g

Les formules en masses ou en volumes (kilogrammes et litres) se calculent à partir des données de la formule expérimentale (kilogrammes et litres) multipliées par le coefficient « k ».

Le volume d'air entraîné « a » est calculé d'après les masses volumiques expérimentales et théoriques

$$a = 1000 \left(1 - \left(\frac{MV_{expé}}{MV_{théo}} \right) \right) \quad (4-13)$$

Le coefficient « γ » correspond au volume de solide, c'est-à-dire le sable, le ciment et les kieselguhrs (en litres) dans 1m^3

C/E_{eff} est calculé à partir de E_{eff}

Tableau 49a : Ajustement au m^3 des formules des mortiers expérimentaux à base de CEM I

Echantillon	Formule expérimentale de départ (dosages initiaux en g et cm^3)							MV. théo. ⁽¹⁾	MV expé. (1)	Coeff. k
	C	P	S	E	M_{tot}	E_{eff}	V_{tot}			
Témoin	450	0	1350	225	2025	225	878	2.307	2.296	1.133
Perlite	405	30	1350	241	2026	237	887	2.282	2.206	1.089
UF	405	30	1350	243	2028	230	883	2.297	2.258	1.114
Speed Plus	405	30	1350	239	2024	235	886	2.285	2.240	1.107

(1) valeurs en g/cm^3

Tableau 49b : Ajustement au m^3 des formules des mortiers expérimentaux à base de CEM I

Echantillon	Formule ramenée au m^3 (dosage en kg et l)									C/E_{eff}
	C	P	S	E_{eff}	c	p	S	a	γ	
Témoin	510	0	130	255	165	0	576	5.0	740	2.00
Perlite	444	32.9	1480	258	143	14	553	28.5	713	1.72
UF	451	33.4	1504	254	145	14	568	18.0	728	1.77
Speed Plus	448	33.2	1496	261	145	14	561	18.1	721	1.75

Tableau 50a : Ajustement au m^3 des formules des mortiers expérimentaux à base de CEM II

Echantillon	Formule expérimentale de départ (dosages initiaux en g et cm^3)							MV théo.	MV expé.	Coeff. k
	C	P	S	E	M_{tot}	E_{eff}	V_{tot}			
Témoin	450	0	1350	225	2025	225	878	2.307	2.261	1.116
Perlite	405	30	1350	245	2030	241	891	2.277	2.216	1.080
UF	405	30	1350	239	2024	226	877	2.308	2.223	1.098
Speed Plus	405	30	1350	241	2026	235	886	2.286	2.205	1.088

(1) valeurs en g/cm^3

Tableau 50b : Ajustement au m^3 des formules des mortiers expérimentaux à base de CEM II

Echantillon	Formule ramenée au m^3 (dosage en kg et l)									C/E_{eff}
	C	P	S	E_{eff}	c	p	s	a	γ	
Témoin	502	0	1506	251	162	0	567	20.0	729	2.00
Perlite	437	32.4	1458	260	141	14	548	37.6	703	1.68
UF	444	32.9	1482	248	143	14	557	36.9	715	1.79
Speed Plus	440	32.7	1469	256	142	14	553	35.5	709	1.72

Tableau 51a : Ajustement au m^3 des formules des mortiers expérimentaux à base de CEM III

Echantillon	Formule expérimentale de départ (dosages initiaux en g et cm^3)							MV théo.	MV expé.	Coeff. k
	C	P	S	E	M_{tot}	E_{eff}	V_{tot}			
Témoin	450	0	1350	225	2025	225	878	2.307	2.249	1.111
Perlite	405	30	1350	250	2035	246	896	2.270	2.180	1.072
UF	405	30	1350	239	2024	226	877	2.308	2.221	1.098
Speed Plus	405	30	1350	241	2026	235	886	2.286	2.205	1.088

(1) valeurs en g/cm^3

Tableau 51b : Ajustement au m³ des formules des mortiers expérimentaux à base de CEM III

Echantillon	Formule ramenée au m ³ (dosage en kg et l)									C/E _{eff}
	C	P	S	E _{eff}	c	p	s	a	γ	
Témoin	500	0	1500	250	161	0	564	25.4	725	2.00
Perlite	434	32.1	1447	263	140	14	544	39.3	698	1.65
UF	444	32.9	1482	248	143	14	557	37.5	715	1.79
Speed Plus	440	32.6	1469	256	142	14	553	35.7	709	1.72

4.5.5.2 - Comparaison avec la résistance théorique des mortiers de référence

A partir des rapports C/E_{eff} effectifs qui viennent d'être définis dans le paragraphe précédent, on va chercher à calculer la résistance théorique d'un mortier ne contenant pas de pouzzolanes, mais étant sensiblement identique en termes de rapport C/E_{eff}, maniabilité et dosage en ciment. Pour cela, il nous faut établir pour les trois ciment, une loi expérimentale de référence.

Pour ce qui concerne la maniabilité, celle du mortier normal (norme NF P 15-403) demeure la référence puisque tous les essais à base de pouzzolane ont été confectionnés en vue d'obtenir cette même consistance. Dans un premier temps, on recherche donc la formule théorique ajustée au m³ du mortier normal (tab. 52) afin de pouvoir fixer le dosage en eau des mortiers étalons qui vont servir à établir les relations.

Tableau 52 : Calcul du dosage en eau de la formule de mortier normalisé ajusté au m³
Mortier normal, C/E = 2.00

	Formule du mortier normal			... ramenée au m ³	
	Dosage (g)	ρ (g/cm ³)	Volume (cm ³)	Volume (l)	Masse (kg)
Sable	1350	2.65	509.4	579	1535
Ciment	450	3.1	145.2	165	512
Eau	225	1	225.0	256	256
Total			879.6	1000	2302
	1	2	3	4	5

où : - le Volume ⁽³⁾ = Dosage ⁽¹⁾ / ρ ⁽²⁾

- les volumes en litres ramenés au m³ ⁽⁴⁾ sont calculés à partir du rapport qui permet de ramener le volume total ⁽³⁾ à 1000 litres ⁽⁴⁾
- la Masse ⁽⁵⁾ = Volume ⁽⁴⁾ * ρ ⁽²⁾

En se référant à la règle de Lyse déjà évoquée dans la description du plan expérimental (cf. § 452), on fixe le dosage en eau à 256 litres pour 1m³ de mortier, pour conserver une maniabilité équivalente.

Chaque loi a été étalonnée avec quatre séries de trois éprouvettes de mortier, destinées à obtenir des points expérimentaux régulièrement répartis pour des valeurs de C/E comprises entre 2 et 1.65 environ (C/E les plus faibles des essais de mortiers avec des pouzzolanes)

L'ajustement d'une formule expérimentale comporte quatre étapes :

1. Définition d'une formule de mortier avec 225g d'eau, 1350g de sable et un dosage en ciment variable donnant le rapport C/E désiré.

2. Ajustement de la formule précédente à un volume unitaire de 1m^3 , et calcul du rapport volumique c/s .

3. Ajustement de la formule précédente pour avoir le dosage en eau de 256 litres, et par calcul des nouveaux volumes de ciment et de sable, avec l'équation suivante :

$$c + s + 256 = 1000 \quad \text{d'où} \quad c+s = 744 \quad (4-14)$$

Connaissant la valeur de c ou celle de s , on déduit la valeur de la manquante.

$$c = \frac{c}{s} \times \frac{c+s}{1 + \left(\frac{c}{s}\right)} \quad (4-15)$$

$$s = \frac{c+s}{1 + \left(\frac{c}{s}\right)} \quad (4-16)$$

Le mélange, dosé à 256 litres d'eau est exprimé en volumes et en masses.

4. Calcul de la formule expérimentale, en gardant les proportions définies précédemment, et en se basant sur un dosage de 1350g de sable normal (1 sac normalisé).

On obtient ainsi des formules ayant toutes des dosages effectifs en eau identiques, et une même maniabilité.

Les formules suivantes ont ainsi été définies (tableaux 53 à 55) et réalisées pour chacun des trois ciments, dans les conditions opératoires habituelles.

Tableau 53 : Elaboration d'une formule de mortier à maniabilité constante et rapport C/E fixés
Mortier expérimental, C/E = 1.93

	Formule envisagée pour obtenir C/E voisin de 1.91			... ramenée au m ³		c/s	c+s (litre)	Formule au m ³ , dosée à 256l d'eau		Dosage expé. (g)
	Dosage (g)	ρ (g/cm ³)	Volume (cm ³)	Volume (l)	Masse (kg)			Volume (l)	Masse (kg)	
Sable	1350	2.65	509.4	583.4	1546			585	1550	1350
Ciment	430	3.1	138.7	158.9	492	0.272	744	159	494	430
Eau	225	1	225.0	257.7	258			256	256	223
Total			873.1	1000	2296			1000	2299	

Tableau 54 : Elaboration d'une formule de mortier à maniabilité constante et rapport C/E fixés
Mortier expérimental, C/E = 1.84

	Formule envisagée pour obtenir C/E voisin de 1.80			... ramenée au m ³		c/s	c+s (litre)	Formule au m ³ , dosée à 256l d'eau		Dosage expé. (g)
	Dosage (g)	ρ (g/cm ³)	Volume (cm ³)	Volume (l)	Masse (kg)			Volume (l)	Masse (kg)	
Sable	1350	2.65	509.4	588.9	1561			592	1569	1350
Ciment	405	3.1	130.6	151.0	468	0.256	744	152	471	405
Eau	225	1	225.0	260.1	260			256	256	220
Total			865.1	1000	2289			1000	2296	

Tableau 55 : Elaboration d'une formule de mortier à maniabilité constante et rapport C/E fixés
Mortier expérimental, C/E = 1.73

	Formule envisagée pour obtenir C/E voisin de 1.67			... ramenée au m ³		c/s	c+s (litre)	Formule au m ³ , dosée à 256l d'eau		Dosage expé. (g)
	Dosage (g)	ρ (g/cm ³)	Volume (cm ³)	Volume (l)	Masse (kg)			Volume (l)	Masse (kg)	
Sable	1350	2.65	509.4	595.5	1578			601	1593	1350
Ciment	375	3.1	121.0	141.4	438	0.237	744	143	443	375
Eau	225	1	225.0	263.0	263			256	256	217
Total			855.4	1000	2280			1000	2292	

Toutes les éprouvettes ont été cassées à 28 jours, en traction par flexion, puis en compression. Dans le cadre de cette étude nous nous sommes uniquement intéressés aux résistances en compression. Les valeurs figurent dans le tableau suivant (tableau 56) puis sont reprises dans la figure 67.

Tableau 56 : Résistance en compression (MPa) à 28 jours des mortiers étalons.

	C/E = 2.00	C/E = 1.93	C/E = 1.84	C/E = 1.73
CEM I	57.0	53.9	51.4	45.0
CEM II	52.7	49.0	47.2	43.4
CEM III	46.8	45.3	43.4	39.6

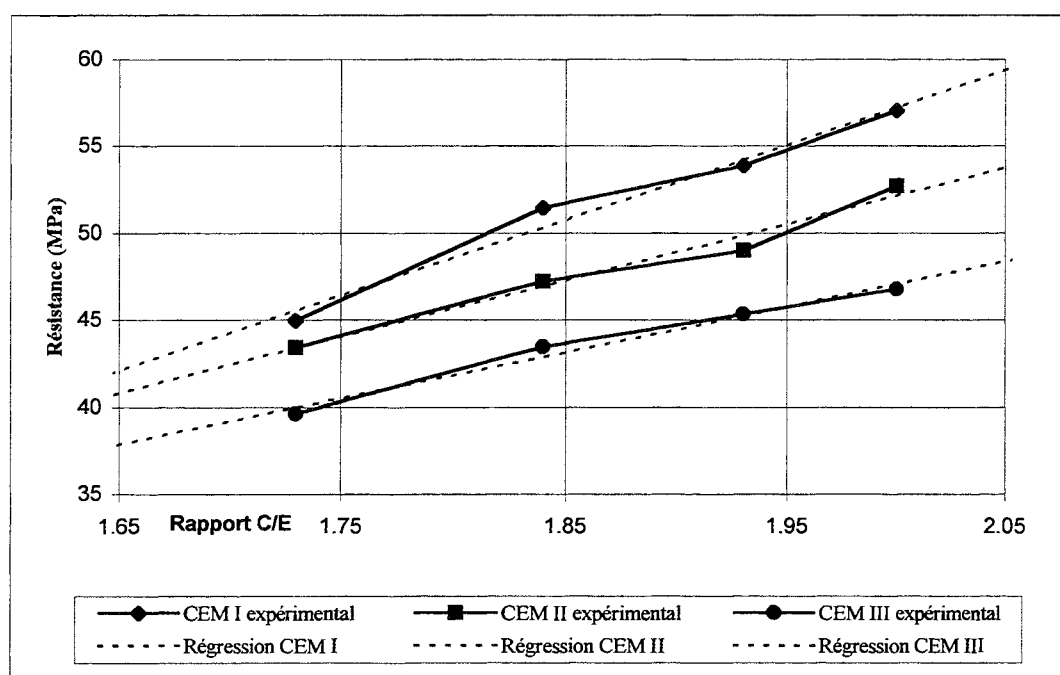


Figure 67 : Résistance en compression à 28 jours des mortiers avec différents ciments, et à C/E variables – points expérimentaux et régressions théoriques

Dans les trois cas de figure les points expérimentaux sont alignés, ce qui nous permet de définir trois lois par régression linéaire.

La loi de Bolomey est aussi une fonction linéaire qui permet de calculer la résistance à partir du rapport C/E. Mais pour obtenir une relation en phase avec la réalité il faut étalonner

les paramètres G , σ' et adapter la constante (0.5 dans le cas général), à partir de résistances expérimentales, ce qui est quasiment notre démarche.

$$R_c = G\sigma' \left(\frac{C}{E} - 0.5 \right) \quad (4-17)$$

Pour les trois ciments, les relations qui expriment la résistance théorique des « mortiers de référence » en fonction du rapport C/E sont les suivantes :

$$\text{CEM I } R_c = 43.335 \text{ C/E} - 29.428 \quad (4-18)$$

$$\text{CEM II } R_c = 32.438 \text{ C/E} - 12.740 \quad (4-19)$$

$$\text{CEM III } R_c = 26.329 \text{ C/E} - 5.574 \quad (4-20)$$

Les rapports C/E des mortiers sans pouzzolane sont identiques aux rapports C/E_{eff} . En effet, l'absorption du sable normal est négligeable. Dans ce cas, l'eau de gâchage correspond directement à l'eau efficace.

Il est dorénavant possible, pour chaque mortier ajusté au m^3 (tableaux 49 à 51), de comparer la résistance expérimentale, à la résistance théorique d'un mortier équivalent « de référence » (calculée avec les lois n°4- 18, 19 et 20). Le rapport de ces deux résistances donne le gain relatif de résistance (tab. 57).

Tableau 57 : Résistances relatives des mortiers à pouzzolanes comparées aux mortiers de référence

Ciment	Ajout	C/E effectif	Ciment (kg/m ³)	Air entraîné (l)	Résistance expérimentale (MPa)	Résistance théorique (MPa)	Résistance relative (%)
CEM I	-	2.00	510	5	61.9	57.24	
	perlite	1.72	444	28.5	44.6	45.02	99.06
	dia. calcinée	1.77	451	18	50.5	47.41	106.52
	dia. fluxée	1.72	448	26.4	41.3	45.12	91.56
CEM II	-	2.00	502	20	52.7	52.14	
	perlite	1.68	437	37.6	38.9	41.82	93.05
	dia. calcinée	1.79	444	36.9	43.0	45.45	94.60
	dia. fluxée	1.72	440	35.5	38.7	43.10	89.88
CEM III	-	2.00	500	25.4	46.0	47.08	
	perlite	1.65	434	39.3	34.6	37.81	91.37
	dia. calcinée	1.79	444	37.5	42.1	41.66	100.96
	dia. fluxée	1.72	440	35.7	34.2	39.75	86.01

4.5.5.3 - Bilan

Les « mortiers de référence » ont des formules très proches des mortiers d'essais avec des pouzzolanes. Les maniabilités sont similaires et, pour un rapport C/E_{eff} donné, les dosages en ciment sont voisins. La différence de performance est donc directement reliée à l'incorporation des pouzzolanes.

On remarque que les résistances relatives des mortiers à pouzzolanes (exprimées par rapport aux mortiers de « référence ») sont systématiquement plus élevées que celles obtenues au cours de la précédente série d'essais (§ 454). Elles dépassent même parfois celle du témoin.

Il existe toujours une répartition des performances mécaniques suivant le type de pouzzolane. Les diatomites calcinées donnent les meilleures performances, comparables voire légèrement supérieures, aux mortiers de référence. Les perlites puis les diatomites fluxées offrent quant à elles des performances moins élevées, proches de 90% de la résistance de référence.

Dans les mortiers de CEM I, on remarque à deux reprises des résistances relatives plus élevées que celles auxquelles on pourrait logiquement s'attendre. C'est le cas pour la perlite (99% au lieu de 91-93%) et la diatomite calcinée (106% au lieu de 95-100%). Cette forte augmentation de résistance relative peut se corrélérer, notamment pour la perlite, avec une baisse assez importante du volume d'air entraîné et donc une augmentation de la compacité et de la résistance.

Ceci traduit bien le fait que l'impact des perlites et diatomites sur les performances mécaniques ne proviennent pas uniquement de la réactivité chimique des produits, mais aussi d'autres facteurs induits par l'adjonction de ces poudres (compacité, air occlus...). Il n'en demeure pas moins que la résistance relative telle qu'on vient de la déterminer prend réellement en compte l'ensemble des phénomènes (responsables d'un gain ou d'une perte de résistance).

4.5.6. Détermination d'un coefficient d'activité des poudres sur les mortiers à 28 jours

Le principe basé sur l'utilisation de la loi de Féret et des relations qui en découlent, ont été défini dans la présentation du plan expérimental (§ 1.2.2). Il s'agit d'évaluer la réactivité des poudres à partir des résistances mécaniques expérimentales, mais en faisant abstraction de l'influence du volume variable d'air entraîné.

Dans un premier temps, on recherche la valeur de la constante K propre à chaque mélange de ciment et sable. Cette détermination se fait à partir de la relation n°4- 7, avec les résultats obtenus sur les éprouvettes des mortiers témoin ($C/E=2$) ou les mortiers de référence définis dans le chapitre précédent.

La constante K déterminée pour chaque ciment, la relation n°4- 9 permet de déterminer la valeur q. Les différents résultats sont regroupés dans le tableau suivant (tableau 58).

BIBLIOTHEQUE
UNIVERSITE DE LUXEMBOURG
RUE DE LA LIBERTE
1011 FUSCHEN
LUXEMBOURG

Tableau 58 : Valeurs des constantes K et coefficients q pour des mortiers de 28 jours

Ciment	Pouzzolane	K moyen	Air Entraîné (l)	Résistance expérimentale (MPa)	q
CEM I	Perlite	412	28.5	44.6	-0.17
	Diatomite calcinée	412	18.0	50.5	0.08
	Diatomite fluxée.	412	26.4	41.3	-0.71
CEM II	Perlite	371	37.6	38.9	0.10
	Diatomite calcinée	371	36.9	43.0	0.24
	Diatomite fluxée.	371	35.5	38.7	-0.21
CEM III	Perlite	340	39.3	34.6	0.12
	Diatomite calcinée	340	37.5	42.1	0.78
	Diatomite fluxée.	340	35.7	34.2	-0.47

En dépit de l'obtention de certains coefficients négatifs on retrouve des résultats concordants. Ces valeurs négatives indiqueraient d'ailleurs que l'ajout de poudre reviendrait à retirer un certain volume de ciment.

En faisant abstraction de ces valeurs négatives, pour ne s'intéresser qu'aux valeurs de « q », comparées entre elles, on constate que :

- les diatomites calcinées sont les produits les plus réactifs, puis viennent ensuite les perlites et les diatomites fluxées. Alors que la plupart des mesures classiques de réactivité montraient souvent un comportement proche pour les diatomites et perlites, elles ont dans le cas présent des coefficients bien différenciés.
- Pour une même catégorie de produit, les coefficients « q » varient d'un ciment à l'autre. Ils sont les plus élevés avec le CEM III puis diminuent avec le CEM II et le CEM I. Les diatomites fluxées marquent cependant une exception puisque le coefficient le plus élevé correspond au mortier à base de CEM II.

Comme on l'a déjà remarqué par ailleurs, l'ajout de kieselguhrs est plus profitable au CEM III, puis au CEM II et enfin au CEM I (cf. §4543). Les analyses chimiques le confirmeront à nouveau.

4.5.7. Discussion

L'incorporation des perlites et diatomites dans les mortiers, à raison de 10% du volume de ciment, montre que l'impact au niveau des performances mécaniques, notamment en compression, varie suivant la qualité du produit. Les diatomites calcinées (opale) sont plus réactives que les perlites (verre volcanique), elles-mêmes plus réactives que les diatomites fluxées (cristobalite).

Les diatomites calcinées permettent d'obtenir une résistance équivalente ou légèrement supérieure à celle d'un mortier « de référence » globalement identique. Les mêmes mesures mettant en œuvre l'adjonction de perlite ou de diatomite fluxée indiquent une perte de résistance mécanique relative de l'ordre de 5 à 10%.

Il faut néanmoins tenir compte des effets entraîneur d'air et décompactant induits par l'ajout de ces pouzzolanes qui contribuent à diminuer grandement la réactivité potentielle des produits. C'est en particulier le cas pour l'ajout de l'opale dans les mortiers de CEM III, où malgré un coefficient q de 0.78 indiquant une bonne réactivité relative, la résistance mécanique demeure inchangée par rapport au mortier de référence (mortier équivalent sans addition).

On remarque également que l'effet pouzzolanique des perlites et diatomites sur la résistance en compression se fait ressentir à partir de 7 à 10 jours et qu'il ne profite pas à tous les ciments de la même manière. Comme l'indiquent les résistances relatives des mortiers à 90 jours et les différentes valeurs du coefficient « q » à 28 jours, le CEM III semble posséder le plus d'affinités avec les perlites et les diatomites, suivi du CEM II et du CEM I. La raison paraît être liée à la composition du ciment plutôt qu'à la quantité de chaux libérée par l'hydratation du clinker.

Toutes les séries d'essais qui viennent d'être réalisés ont donc montré que les différents produits utilisés dans les filtres de brasserie sont réactifs, et que leur incorporation dans des mortiers est envisageable.

Dans un béton la réactivité de ces produits s'exprimera peut être plus facilement car les effets parasites qu'ils induisent (décompaction du squelette, air occlus) risquent d'être atténués. En effet, dans un béton le squelette granulaire est plus étendu (fraction 0/20mm, au lieu de 0/2 dans un mortier), et à dosage identique (exprimé par rapport au volume de ciment) les kieselguhrs représentent une fraction de la gâchée, plus faible dans le cas d'un béton que dans un mortier.

Un autre paramètre est également à prendre en considération dans les bétons qui seront fabriqués, il s'agit de l'utilisation d'un adjuvant pour disperser les éléments fins.

Si on avait utilisé un plastifiant dans la fabrication des mortiers, les effets parasites comme la décompaction et l'air occlus auraient certainement été moindres.

4.6. ETUDE DE LA REACTIVITE SUR DES PATES ET DES MORTIERS : APPROCHE CHIMIQUE

Cette étude à long terme (210 et 273 jours) a pour but d'analyser les réactions chimiques entre les différents composants des kieselguhrs, les liants hydrauliques et l'eau. Elle repose sur l'utilisation de différentes techniques permettant de caractériser les phases chimiques présentes dans un matériau, qu'elles soient cristallisées (portlandite, ettringite ...) ou sous forme de gel (CSH). Ces analyses sont couplées avec des observations microscopiques fines qui permettent aussi de reconnaître certaines phases de la pâte cimentaire et d'en caractériser la structure.

Les essais ont été menés à l'échéance de 273 jours sur des pâtes pures, mélanges de ciment et d'eau, ou additionnées des différents composants neufs qui composent un kieselguhr. Pour accentuer encore les effets chimiques de ces pouzzolanes, elles ont été incorporées dans les mélanges à raison de 25% en masse (par rapport au ciment), soit environ 120% exprimé par rapport au volume.

Cette façon de procéder permet de centrer les observations uniquement sur les phases qui nous intéressent. On élimine ainsi tous les signaux parasites générés par la présence d'un granulat, qui représente plus des 2/3 de la masse d'un mortier normal par la présence d'un granulat.

Une étude identique est ensuite menée sur des mortiers âgés de 210 jours. Malgré une soixantaine de jours de différence dans les échéances, elle permet toutefois de comparer les résultats obtenus et complète l'étude sur les pâtes.

Pour éviter tout problème de pollution extérieure du mortier ou des pâtes au moment des essais (carbonatation et cristallisation de phases diverses sur les faces des éprouvettes) seul un petit volume (environ 0.5 cm³) a été extrait au centre de l'éprouvette, séché à 40°C (pour éviter une détérioration des produits formés dans les mortiers), puis conservé sous vide d'air avant d'être analysé.

4.6.1. Présentation des techniques utilisées

4.6.1.1 - *Le microscope électronique à balayage*

Comme pour l'étude de la morphologie (cf. § 433) des différentes diatomites et perlites, on utilise un Microscope Electronique à Balayage (MEB). Le modèle utilisé pour cette étude est un MEB Philips XL30 associé à un spectromètre à dispersion d'énergie, Kevex Système Σ qui permet une analyse atomique simultanée des plages d'observations.

4.6.1.2 - *La diffraction des rayons X*

Cette technique, déjà utilisée à plusieurs reprises dans ce travail, est présentée au paragraphe 213. Les pâtes ont été analysées à l'aide d'un diffractomètre à anticathode au fer,

tandis que les mortiers ont été étudiés avec un matériel légèrement différent utilisant une anticathode de cobalt ($K\alpha$ Co ; $\lambda = 1.7889 \text{ \AA}$).

Par rapport aux diffractogrammes réalisés avec l'anticathode au cobalt, ceux réalisés avec une anticathode au fer présentent une moindre résolution et des intensités plus faibles ne permettant pas de détecter le halo vitreux émis par les CSH. En effet les signaux détectés par le type de diffractomètre à anticathode au fer, utilisés dans le cas présent, sont partiellement absorbés dans l'air.

Les poudres étudiées ont été systématiquement broyées, une heure à deux heures avant l'analyse, puis conservées sous vide.

4.6.1.3 - L'analyse enthalpique différentielle (AED)

Le principe de l'AED repose sur la quantification de toutes les transformations s'accompagnant d'un changement de chaleur spécifique, qu'elles soient exothermiques ou très généralement endothermiques (dans les pâtes et les mortiers).

L'appareil employé est un module DSC 30 (Mettler-Toledo) interfacé à un ordinateur TA 4000. La plage de température balayée était comprise entre -50° et $+600^\circ\text{C}$, avec une vitesse de montée en température de $10^\circ\text{C}/\text{minute}$. Le gaz de balayage utilisé est de l'argon U. L'ensemble est refroidi avec de l'azote liquide, et les échantillons de poudre (masse moyenne de $13.5 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$) sont contenus dans des creusets ouverts de $40 \mu\text{l}$, en aluminium.

Comme précédemment, les poudres utilisées pour l'analyse ont systématiquement été broyées très peu de temps avant l'analyse puis conservées sous vide d'air.

4.6.2. Etude des pâtes de ciment durci

4.6.2.1 – Formulation, confection et mode de conservation

La quantité d'eau incorporée dans les pâtes a été ajustée de manière à obtenir une consistance comparable d'une formule à l'autre, relativement proche de la consistance normalisée mesurée avec l'appareil de Vicat (NF P 15-402).

Le moulage et la conservation des éprouvettes de pâte ont été effectués dans les mêmes conditions que celles habituellement pratiquées pour les mortiers (cf. § 453).

Deux séries d'éprouvettes $4*4*16\text{cm}$ ont été fabriquées, l'une avec le ciment CEM I 42.5 R et l'autre avec le ciment CEM III/A 42.5 (livraisons de décembre 1998). Chacune d'elle comporte une pâte témoin et des pâtes d'essais incorporant un des trois types de poudres parmi ; une perlite « Perlite » (verre volcanique), une diatomite fluxée « Dic/B » (cristobalite) et une diatomite calcinée « CBL » (opale), décrites au chapitre 43. Les formules et consistances respectives des essais figurent dans le tableau suivant (tab. 59).

4.6.2.2 – Résistance mécanique en compression et en traction

Un fragment de chaque moitié d'éprouvette a été prélevé par sciage à proximité de la cassure (cœur de l'éprouvette). Il a ensuite permis de fournir un fragment pour l'étude au MEB, et un autre fragment broyé sous forme d'une poudre fine pour les analyses (RX, AED).

Les deux moitiés d'éprouvette restantes ont ensuite été soumises à l'essai de résistance à la compression et ont permis de donner une valeur moyenne (tab. 59).

Les résistances mécaniques des essais ont été effectuées deux jours avant l'étude (soit à 271 jours). Elles sont reportées dans le tableau suivant (tab. 59).

Tableau 59 : Composition des pâtes et performances mécaniques à 271 jours

N°	ciment	ajout	C	c	P	p	% m	%v	E	Enfoncement NF P 15-402	Rc
			<i>g</i>	<i>cm³</i>	<i>g</i>	<i>cm³</i>			<i>cm³</i>	<i>mm</i>	<i>MPa</i>
10	CEM I	néant	500	161	0	0	0	0	135	24	109
11	CEM I	Perlite	250	81	50	96	25	120	165	30	51
12	CEM I	Dic/B	250	81	50	96	25	120	165	32.5	54
13	CEM I	CBL	250	81	50	96	25	120	165	33	54
30	CEM III	néant	500	161	0	0	0	0	135	28	109
31	CEM III	Perlite	250	81	50	96	25	120	165	30	53
32	CEM III	Dic/B	250	81	50	96	25	120	165	33	56
33	CEM III	CBL	250	81	50	96	25	120	165	31	57

Avec *C* et *P*, respectivement les masses de ciment et de pouzzolane

E, la masse d'eau de gâchage

c et *p*, respectivement les volumes de ciment et de pouzzolane

%m et *%v*, respectivement les proportions massiques et volumiques des constituants

4.6.2.3 – Analyses par diffraction des rayons X

Pâtes confectionnées avec le CEM I (éprouvettes 10 ; 11 ; 12 et 13) – figure 68.

Le témoin (n°10) comporte encore des phases résiduelles du clinker n'ayant pas réagi, indiquant que la réaction d'hydratation n'est pas totale ou pas achevée. Il s'agit essentiellement de C_3S^1 , C_2S (principaux pics vers $2\theta = 42^\circ$) et dans une mesure nettement moindre C_4AF (vers $2\theta = 16^\circ$ et 52°). On remarque également la présence de phases formées lors de l'hydratation du ciment comme la portlandite, CH, $[Ca(OH)_2]$ (pics vers des valeurs 2θ de 24° , 38° , 43° et 62°) et l'ettringite. Quelques pics de faibles amplitudes traduisent la présence de traces de carbonate de calcium, CC et de chaux, C.

Ce premier diffractogramme constitue une référence que l'on compare ensuite à ceux des pâtes incorporant les différentes pouzzolanes, perlite, diatomite fluxée et diatomite calcinée.

En dépit des proportions initialement importantes de perlite et d'opale introduites dans les pâtes (n°11, 12 et 13), on constate que leurs halos vitreux respectifs n'apparaissent pas. Les caractéristiques techniques de la source de rayonnements de rayons X en sont grandement la cause (cf. § 4612). Il est toutefois possible d'évoquer une réaction partielle des produits, car une analyse des phases seules, effectuée avec le même appareillage met clairement en évidence des halos vitreux. La cristobalite est encore présente mais l'intensité de son pic principal à $4.05 \text{ \AA}$ est relativement moins importante par rapport à l'échantillon de cristobalite seul.

¹ Il est cependant très difficile de définir précisément la nature des polymorphes. Ils diffractent quasiment tous pour des valeurs identiques proches de celles mentionnées, et les phases ne sont pas automatiquement pures.

Ces premières constatations permettent donc d'en déduire que ces trois types de produits ont réagi, au moins partiellement.

Ces réactions occasionnent une consommation de la portlandite (libérée par l'hydratation de C_3S et C_2S) comme le montrent les intensités des pics, notamment celui centré à 3.10 Å qui met bien en évidence le phénomène. Avec la cristobalite, la quantité de portlandite demeure sensiblement inchangée, alors qu'elle a diminué avec la perlite et de façon encore bien plus sensible avec l'opale. Ces trois produits ont consommé de la chaux dans des proportions notoires, d'autant plus marquées que dans les essais, la quantité de chaux devrait être plus importante que dans le témoin.

Il faut en effet relativiser ces observations brutes et tenir compte des rapports E/C des mélanges. Ils occasionnent automatiquement un degré d'hydratation du clinker plus prononcé pour les pâtes d'essais (E/C de 0.66) que pour la pâte témoin (E/C de 0.27). Waller (Waller, 1999) a proposé une loi empirique décrivant le degré d'hydratation final des mélanges hydrauliques sans pouzzolane. Dans notre cas il est très difficile d'estimer l'augmentation du degré d'hydratation à partir de l'écart de E/C, car les pouzzolanes absorbent une grande quantité d'eau et participent aux réactions (en consommant à leur tour de l'eau tout en libérant celle qui a été absorbée). Dans ces conditions il est donc difficile d'estimer les rapports E/C réellement obtenus.

Dans les pâtes à base de pouzzolanes, et plus particulièrement celle à base d'opale (n°13), on constate une forte diminution de la résolution des pics à 2.78 et 2.74 Å et un élargissement du pic à 3.09 Å. Ces deux phénomènes caractérisent une hydratation plus poussée de silicates calciques et un développement de produits vitreux surtout marqué par un halo vitreux autour de 3 Å.

L'hydratation est plus forte pour la raison précédemment évoquée, mais aussi grâce à un déplacement des équilibres chimiques (principe de Le Chatelier, relation n°4- 21). La consommation de portlandite par les pouzzolanes active l'hydratation du ciment. L'apparition de produits vitreux est directement liée à la réaction des pouzzolanes avec la chaux pour former des gels $C_xS_yH_z$ et une meilleure hydratation du clinker. A noter que dans des conditions expérimentales telles que les nôtres, il est rare d'observer des pics de diffractions des CSH tels qu'ils sont définis dans la bibliographie pour des cristaux parfaitement cristallisés. Les CSH formés sont amorphes d'où l'apparition d'un bombement.

Sur le diffractogramme de la pâte n°13, on remarque enfin un pic vers 3.35 Å. Il correspond probablement à du quartz déjà présent dans le produit d'origine (cf. § 432).

Pâtes confectionnées avec le CEM III (éprouvettes 30 ; 31 ; 32 et 33) – figure 69.

Dans l'ensemble, les allures des diffractogrammes sont relativement analogues à ceux des pâtes confectionnées avec le ciment CEM I, notamment pour ce qui concerne la pâte témoin (n°30). Les pics de diffraction de C_3S , C_2S et surtout ceux relatifs à la portlandite sont toutefois moins intenses et on ne distingue plus ceux de C_4AF . Le ciment CEM III comporte effectivement moins de clinker et libère moins de portlandite. En outre, la portlandite libérée par l'hydratation du clinker est en partie consommée pour activer l'ajout principal du CEM III : les laitiers de haut-fourneau, granulé (forme vitreuse de C_2AS) et la gehlénite (forme cristallisée de C_2AS). Dans ces quatre diffractogrammes on distingue encore faiblement un des pics de la gehlénite, vers 2.26 Å (cf. fig. 69).

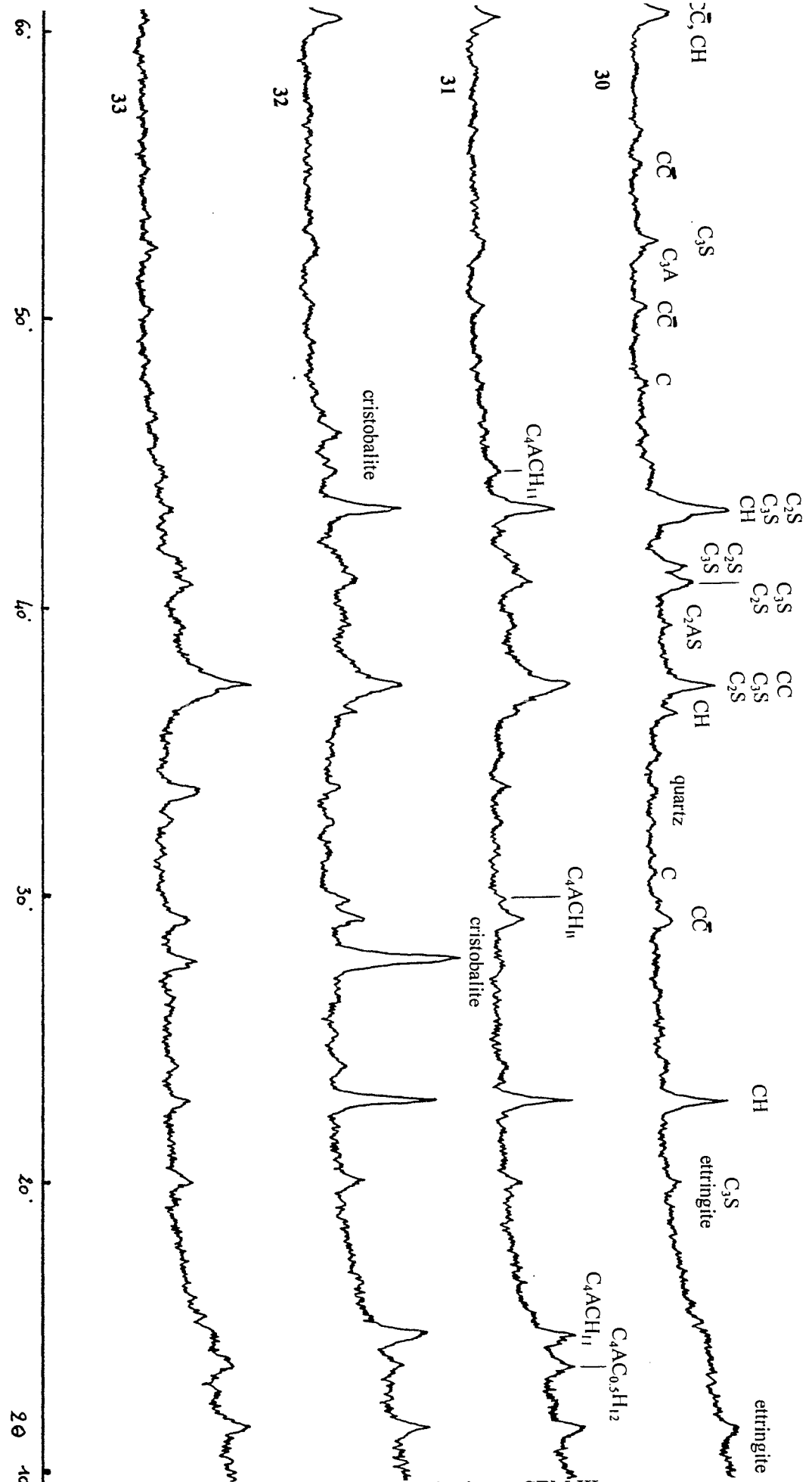


Figure 69: Diffractogrammes effectués sur les pâtes de ciment CEM III

Les ajouts de pouzzolanes dans les pâtes de CEM III mettent une nouvelle fois en évidence la grande réactivité pouzzolanique des poudres, comme l'ont déjà montré certaines observations avec les pâtes de CEM I. On notera :

- une diminution de la portlandite, proportionnelle à la réactivité des produits établie pour les pâtes de CEM I. L'ajout de l'opale est même responsable de la quasi-disparition de la portlandite.

- un fort élargissement de certains pics de diffraction relatifs à C_3S et C_2S . C'est particulièrement le cas pour le pic à 3.03 Å qui s'est à la fois intensifié et considérablement élargi. Comme dans le cas du CEM I, ces phénomènes traduisent une plus forte hydratation du clinker et le développement d'un halo vitreux typique de la formation de CSH.

- L'apparition systématique du quartz avec un pic de diffraction à 3.34 Å. Peu développé dans le témoin, on le remarque mieux dans les pâtes d'essais, et encore plus en présence de l'opale. Il peut s'agir de quartz provenant des laitiers puisque ce dernier comporte un peu de gelhénite et n'est donc pas entièrement vitreux (utilisation d'un mélange de laitier cristallisé et de laitier vitreux). Le pic à 3.35 Å est plus important dans la pâte n°33 car le quartz provient non seulement des laitiers, mais aussi de l'opale CBL (cas déjà mentionné pour la pâte n°13).

L'utilisation du CEM III pour la confection des pâtes engendre aussi l'apparition de nouvelles phases absentes des pâtes de CEM I hydratées.

Il s'agit d'une série de trois pics vers 7.56, 3.76 et 2.55 Å, caractéristiques de la formation de $C_4A\overline{C}H_{11}$, et d'un pic à 8.11 Å. Compte tenu d'une incertitude sur θ de 0.1°, le pic à 8.11 Å peut se retrouver à 8.2 Å et correspondre au pic principal de l'hémicarboaluminate de calcium noté $C_4A\overline{C}_{0.5}H_{12}$ (Roberts, 1968). En effet ce composé est le précurseur de $C_4A\overline{C}H_{11}$, ce qui explique la raison pour laquelle ses pics se développent lorsque ceux de $C_4A\overline{C}H_{11}$ sont faibles, et inversement. $C_4A\overline{C}H_{11}$ est relativement présent avec les ajouts de perlite (n°31), moins marqué avec la cristobalite (n°32), et avec l'opale (n°33) le pic principal à 7.56 Å forme un bombement plutôt qu'un pic de diffraction.

L'hydratation de C_3A conduit à la formation rapide des hydrates hexagonaux (C_2AH_8 , C_4AH_x) qui évoluent dans le temps vers un hydrate cubique C_3AH_6 , la katoïte. En présence de carbonates, elle se transforme en $C_4A\overline{C}_{0.5}H_{12}$ puis en monocarboaluminate de calcium hydraté ($C_4A\overline{C}H_{11}$). La source de carbonate nécessaire à la formation de ces deux composés peut être satisfaite par les fillers calcaires (5%) initialement présents dans le ciment (cf. § 232), ainsi que le dioxyde de carbone atmosphérique (dissous dans l'eau de la piscine de conservation).

La formation de ces composés n'apparaît pas dans le témoin. On peut donc penser que le mélange des poudres réactives avec le CEM III génère des perturbations au niveau des réactions d'hydratation qui conduisent à l'apparition de nouvelles phases hydratées.

4.6.2.4 – Résultats des Analyses Enthalpiques Différentielles (AED)

Pâtes confectionnées avec le CEM I (éprouvettes 10 ; 11 ; 12 et 13)

Cette série de quatre AED met systématiquement en évidence la même série de pics endothermiques ; leurs positionnements et les composés qu'ils caractérisent figurent dans le tableau suivant (tab. 60).

Tableau 60 : Positionnement des pics de déshydratation rencontrés dans les pâtes 10 à 13, et positions annoncées dans la bibliographie (d'après Chloup-Bondant, 1996)

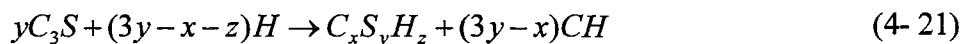
T°C observée	Composé	T°C en littérature
0	H	
100	H	
115 - 120	$C_xH_yS_z$	100 - 120
130 - 135	C_3A , $3CS$, H_{32} ettringite	120 - 140
180	ettringite	-
360	C_3AH_6	314 - 350
500 - 470	CH	460 - 500

Dans le témoin, l'eau libre est peu marquée (léger bombement à 0°C et un faible épaulement vers 98°C). L'ettringite et les CSH sont mis en évidence par deux pics semblables, de même intensité situés vers 120°C. La portlandite se caractérise par un pic de grande amplitude presque plus intense que ceux des CSH et de l'ettringite, situé vers 580°C. Le deuxième pic de déshydratation de l'ettringite (180°C) et celui attribué à la déshydratation de C_3AH_6 (360°C) sont très faibles.

Confirmant les résultats obtenus par DRX, l'ajout des pouzzolanes entraîne une diminution significative du pic de portlandite, d'autant plus marquée que le pic des CSH s'accroît. Ce phénomène confirme l'existence de réactions pouzzolaniques importantes. La consommation de portlandite varie suivant la nature des poudres ; elle augmente respectivement suivant que l'on incorpore de la cristobalite (n°12), de la perlite (n°11) ou de l'opale (n°13).

Rappelons (cf. § précédent) qu'il faut aussi tenir compte de l'augmentation de la quantité d'eau de gâchage dans les pâtes d'essais puisqu'elle est responsable d'une meilleure hydratation du clinker. La réaction d'hydratation de C_3S ou C_2S (cf. § 231, relation n° 2- 29, et relation n°4- 21), entraîne une production simultanée de CSH et de portlandite. Cette dernière a donc, elle aussi, réagit avec les poudres pour former des CSH.

Ainsi, la grande quantité de CSH formés résulte de la combinaison de trois phénomènes qui sont un degré d'hydratation plus élevé du clinker, la réactivité des poudres qui, en consommant de la portlandite, forment des CSH, et la consommation de chaux issue de l'hydratation des silicates calciques qui provoque un déplacement (principe de Le Chatelier) vers la droite de l'équilibre :



Ce sont les effets de la deuxième réaction (réaction pouzzolanique avec consommation de portlandite, et formation de CSH) et donc cette réaction elle-même qui prédominent largement et expliquent le surcroît de CSH.



Figure 70 : Analyses enthalpiques différentielles des pâtes de ciment CEM I

La présence marquée de l'eau libre (pics à 0° et 100°C) dans les pâtes d'essais s'explique par l'incorporation d'eau de gâchage supplémentaire incorporée dans ces pâtes. Après 273 jours, le surplus d'eau est encore nettement visible et il est difficile de savoir si une fraction de cette eau est encore piégée dans des particules de perlite ou de diatomite n'ayant pas réagit. Il serait intéressant de mener des études complémentaires pour connaître le rôle de l'eau absorbée par les particules durant l'hydratation et le vieillissement de la pâte et des mélanges hydrauliques en général.

En présence de pouzzolanes, on remarque également une augmentation et donc une individualisation du deuxième pic de l'ettringite (courbes AED n°11 et 12) même s'il a tendance à disparaître dans la base du pic des CSH lorsque ce dernier est très développé (courbe AED n°13). C'est systématiquement le cas pour le premier pic endothermique de l'ettringite (130°C) qui forme une petite digitation voire un léger épaulement dans le pic des CSH.

En accord avec les résultats obtenus par DRX, l'augmentation du signal de l'ettringite est probablement liée à la grande quantité d'eau présente dans les gâchées ; en effet, l'ettringite nécessite 32 moles d'eau pour pouvoir précipiter.

Par rapport au témoin, le pic attribué à la déshydratation de C_3AH_6 reste inchangé dans les pâtes d'essais, ce qui tend à montrer que les pouzzolanes ne perturbent pas les réactions responsables de la formation de cet hydrate.

Lors de l'analyse des diffractogrammes, on a constaté que l'adjonction d'opale dans la pâte n°13 entraîne l'apparition du pic principal du quartz à 3.34 Å. Par AED, le quartz se caractérise généralement par un pic très fin à 575°C caractérisant la transformation allotropique de α SiO₂ en β SiO₂. Les limites expérimentales de l'appareil font qu'il n'apparaît pas dans le cas présent. On verra dans l'étude des AED des mortiers que le quartz est responsable d'un pic de faible intensité alors que de la proportion qu'il occupe dans le mortier est prédominante.

Pâtes confectionnées avec le CEM III (éprouvettes 30 ; 31 ; 32 et 33)

Comme pour l'analyse des diffractogrammes on retrouve une nouvelle fois une assez grande similitude entre les résultats obtenus avec le ciment CEM I et le ciment CEM III.

Les différences rencontrées sont les suivantes :

- les pâtes confectionnées avec le ciment CEM III sont nettement moins riches en portlandite que celles fabriquées avec le CEM I. Il y a moins de clinker et à long terme, le laitier réagit avec la portlandite libérée par C_3S et C_2S , pour former $C_xS_yH_z$ et d'autres hydrates (Prin-Ferreira, 1997).

- la réactivité des pouzzolanes, déduite à partir de la consommation de portlandite qu'elle ont occasionnée, aboutit au même classement que celui déjà établi à partir des pâtes de CEM I, c'est-à-dire par ordre croissant de réactivité : cristobalite, perlite et opale. Ici, l'adjonction d'opale dans la pâte de CEM III a même consommé presque toute la portlandite disponible (n°33).

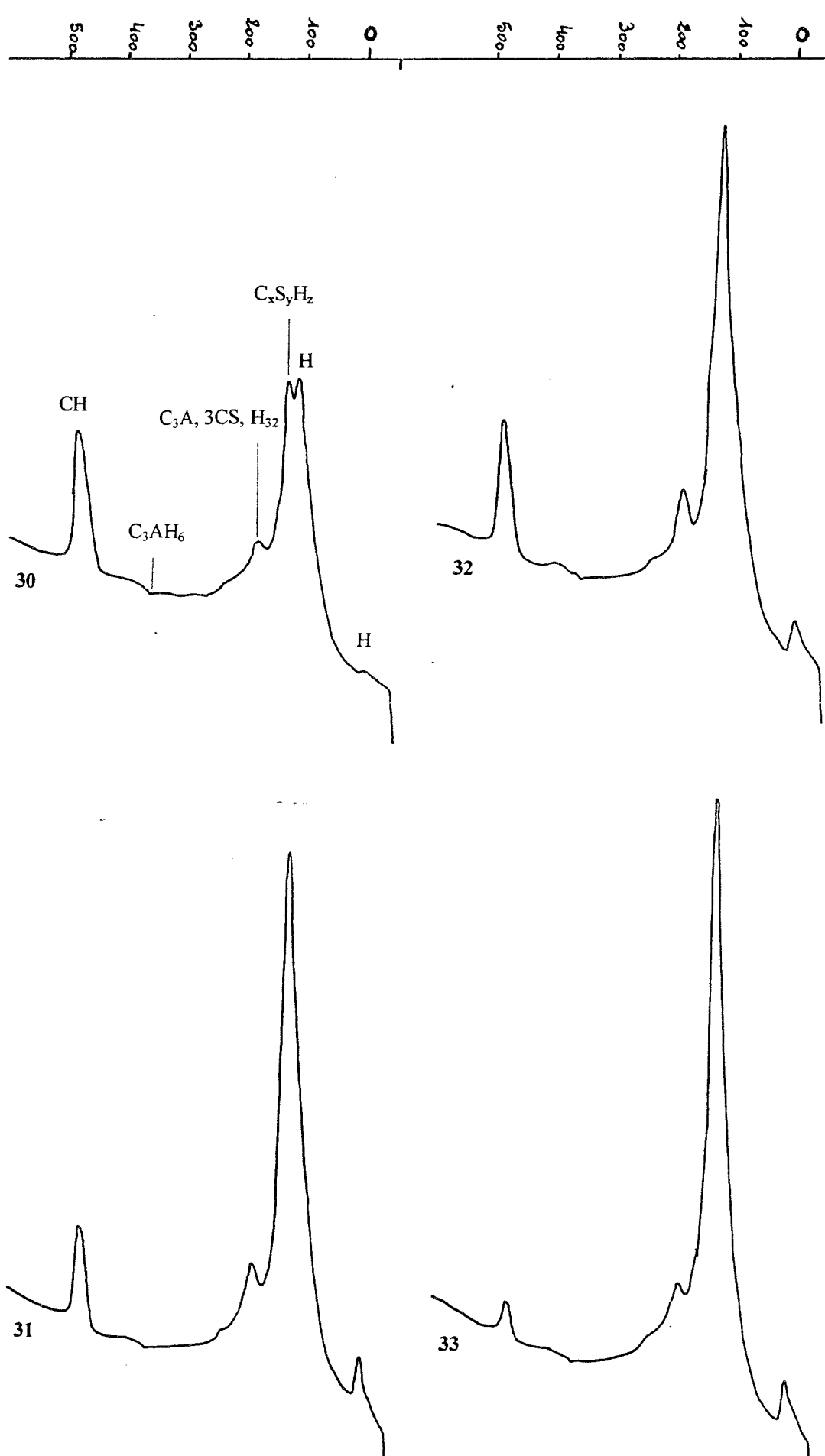


Figure 71 : Analyses enthalpiques différentielles des pâtes de ciment CEM III

- en présence de pouzzolanes, l'intensité du pic endothermique de $C_xS_yH_z$ (115-125°C) par rapport à celle du témoin est plus importante que dans le cas des pâtes à base de CEM I. Pour la pâte incorporant l'opale, l'intensité de ce signal a d'ailleurs presque triplé.

- on note la présence systématique d'une phase supplémentaire caractérisée par l'apparition d'un bombement centré vers 240°C. Il caractérise C_4AH_x qui résulte de l'activation de C_2AS (gehlénite) par l'aluminate tricalcique (Prin-Ferreira, 1997).

4.6.2.5 – Observations au microscope électronique à balayage

Pâtes formulées avec le CEM I (éprouvettes 10 ; 11 ; 12 et 13).

La pâte de ciment durci du témoin est très compacte. Les pores comportent de nombreux cristaux d'ettringite et de Portlandite (fig. 75).

L'ajout de perlite ne change pas l'aspect de la pâte, mais de nombreux pores sont alors enduits d'un gel (susceptible de correspondre à de l'ettringite). De nombreuses particules de perlite n'ont pas entièrement réagi et certaines d'entre elles semblent même ne pas avoir réagi du tout. Dans de très nombreux cas, on remarque une zone continue de « perlite modifiée » qui fait la transition entre les deux phases pures (la pâte de ciment et la perlite). L'aspect particulier de cette perlite modifiée est nettement visible (fig. 76) et des analyses élémentaires ponctuelles réalisées sur cette zone montrent qu'elle a une composition intermédiaire entre les deux phases pures. La perlite est riche en silicium (élément majoritaire), calcium, aluminium, potassium (fig. 72) ; la pâte de ciment est riche en calcium (élément majoritaire), silicium, et dans une moindre mesure potassium soufre et aluminium (fig. 74). La « perlite modifiée » produite au cours de la réaction à l'interface entre les deux phases pures précédentes a une composition intermédiaire (fig. 73), proche de celle de $C_xS_yH_z$.

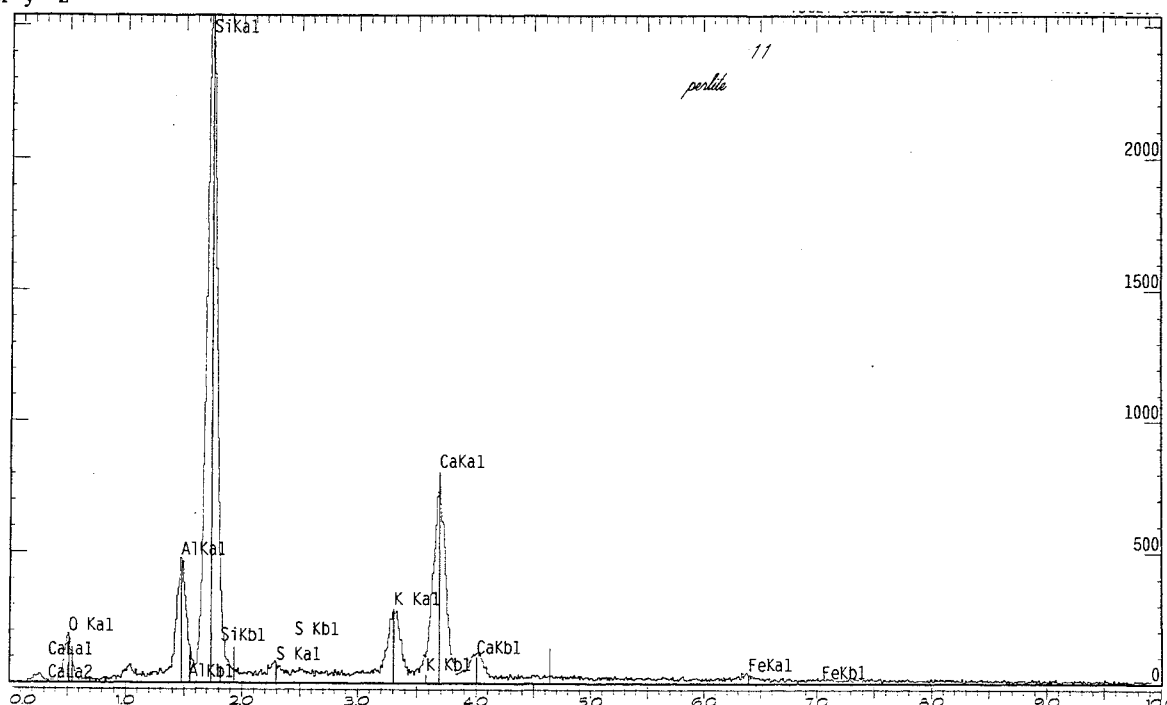


Figure 72 : Analyse élémentaires effectuées sur la zone centrale des particules de perlite incorporée dans les pâtes (CEM I dans le cas de cette analyse).

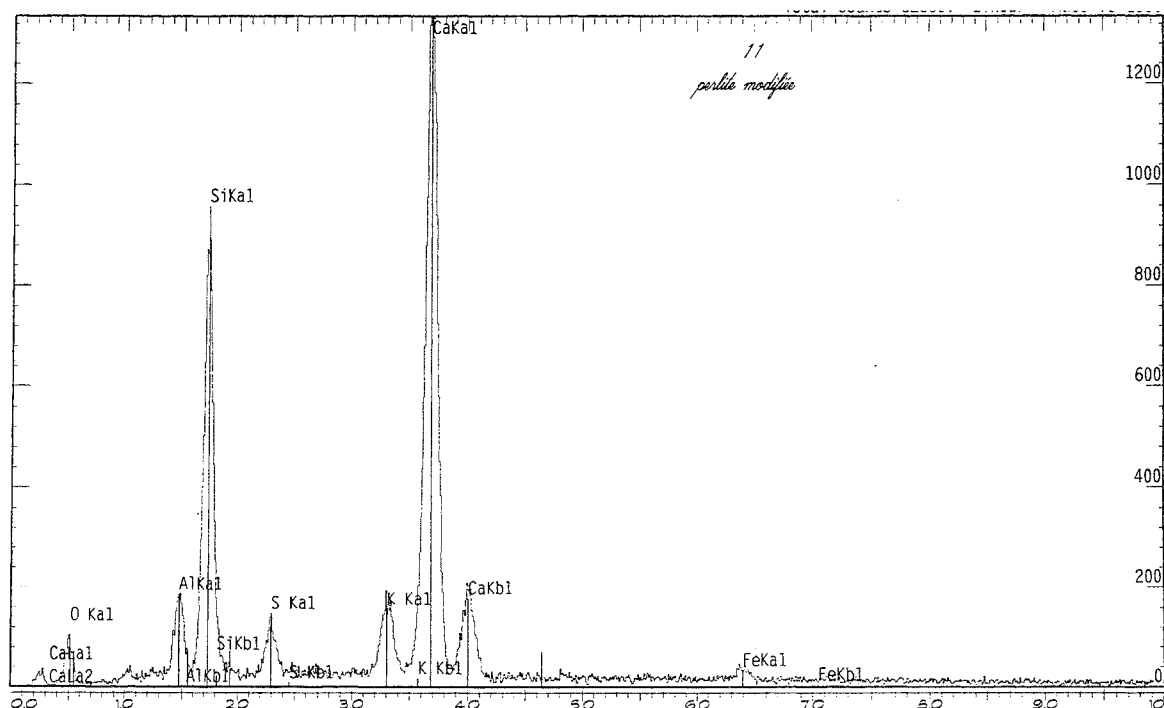


Figure 73 : Analyse élémentaires effectuées sur la zone de transition entre une particule de perlite et la pâte de ciment (CEM I dans le cas de cette analyse).

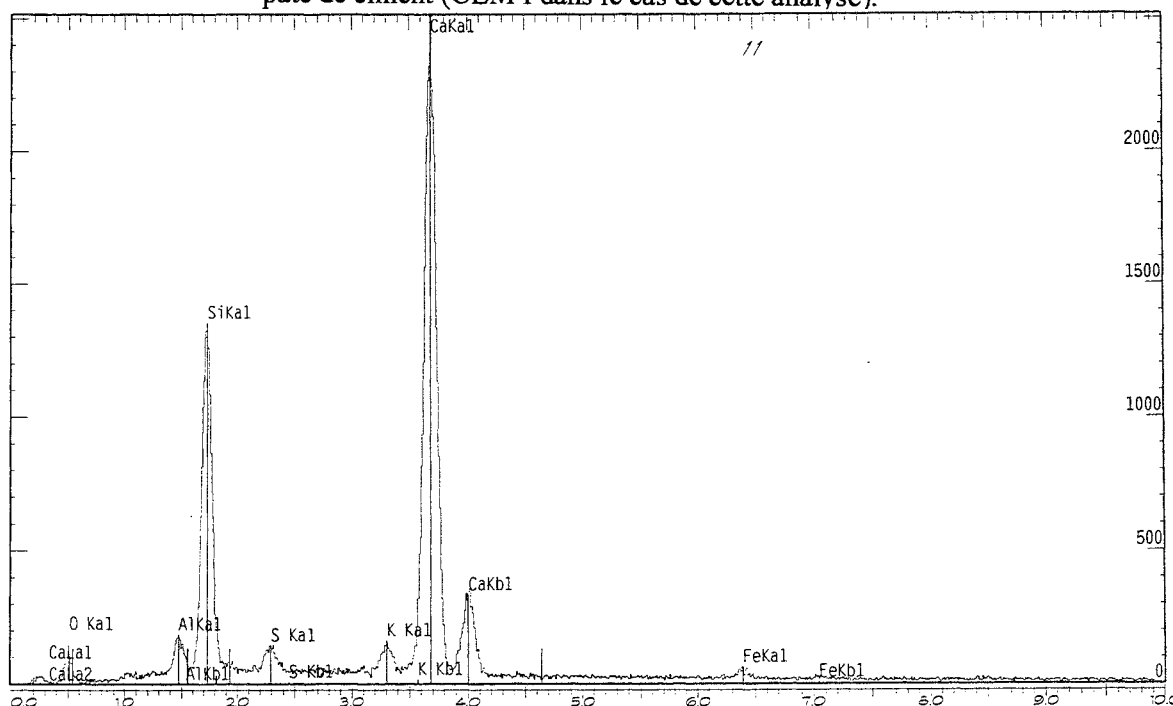


Figure 74 : Analyse élémentaires effectuées sur la pâte de ciment, à proximité des perlites (CEM I dans le cas de cette analyse).

Les diatomites fluxées ou calcinées sont difficiles à retrouver dans la pâte de ciment. En parcourant systématiquement toute la surface de l'échantillon, quelques diatomites (fig. 77 et 78) sont observées. Elles sont rarement intactes et le plus souvent corrodées, recouvertes de silicates calciques hydratés (éventuellement CSH à structure en nid d'abeilles).

La pâte (n°13) qui incorpore les diatomites calcinées présente la plus grande compacité apparente des pâtes à base de ciment CEM I.

En résumé, les diatomites sont bien recouvertes et enveloppées dans une pâte compacte. Lorsqu'elles sont encore en partie observables, les diatomites sont associées à des phases amorphes ayant une composition de $C_xS_yH_z$, parfois à texture de « nid d'abeilles ». Cependant, malgré leur disparition apparente au niveau de l'échantillon, les diatomites fluxées n'ont pas entièrement réagi comme l'indiquent les pics de la cristobalite encore visibles sur le diffractogramme.

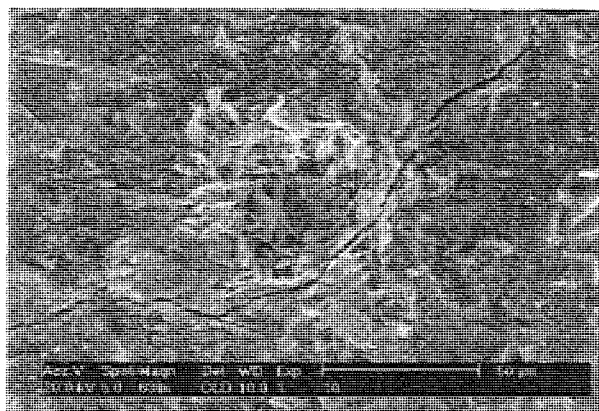


Figure 75 : Vue de la pâte de ciment durcie, fissure et pore (avec CH et ettringite). (n°10)

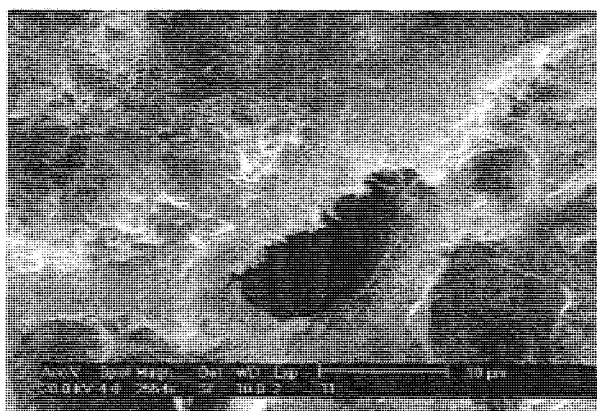


Figure 76 : Perlite ayant partiellement réagi ; On distingue la « perlite modifiée » d'aspect plus foncé, sur les parois de la particule. (n°11)



Figure 77 : Formation de CSH en « nid d'abeilles », associée à un reste de diatomite fluxée. (n°12)



Figure 78 : Une des rares diatomites calcinées (fortement attaquée) retrouvée dans la pâte. (n°13)

Pâtes formulées avec le ciment CEM III (éprouvettes 30 ; 31 ; 32 et 33)

Les observations effectuées sur les pâtes d'essais donnent des informations quasi identiques à celles précédemment obtenues avec les essais des pâtes de CEM I. Les seules différences se situent au niveau de l'aspect de la pâte de ciment CEM III, plus accidenté que celui des pâtes de CEM I, on y retrouve aussi quelques grains de laitier n'ayant pas réagi (fig. 79).

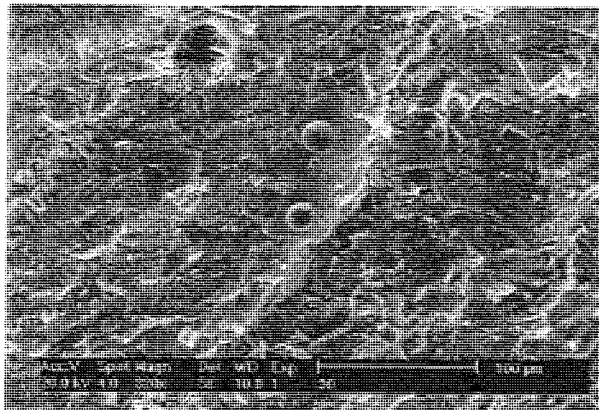


Figure 79 : Vue de la pâte de ciment durci, avec grain de laitier partiellement attaqué. (n°30)

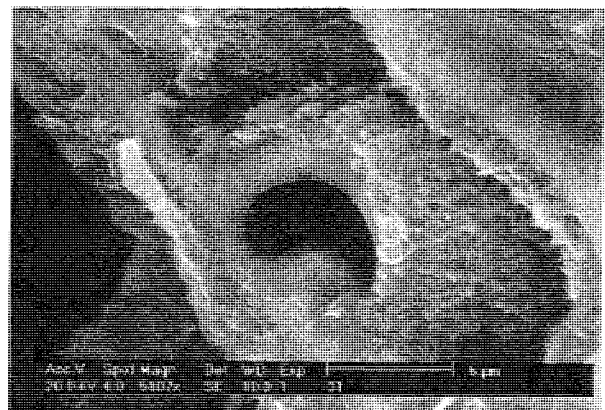


Figure 80 : Réaction partielle des grains de perlite pour former CSH (en nid d'abeilles). (n°31)

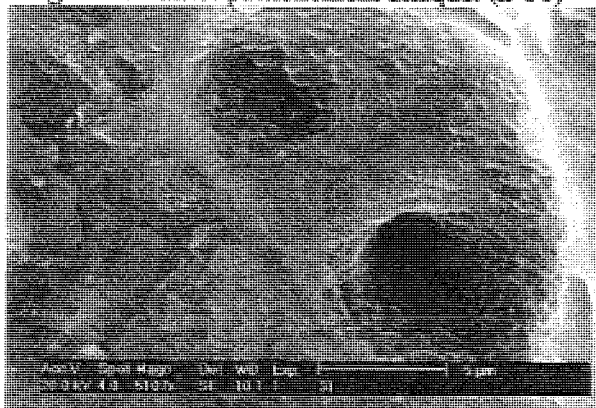


Figure 81 : Réaction partielle des grains de perlite pour former CSH. (n°31)

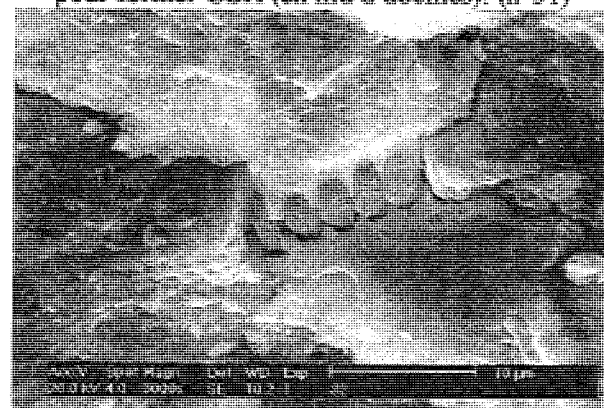


Figure 82 : Diatomite fluxée noyée dans les CSH. (n°32)

Les perlites (fig.80 et 81) ont réagi de façon similaire, même si on a pu observer dans un cas particulier, des silicates calciques hydratés ayant une morphologie qualifiée de « moutonnement ». Les diatomites fluxées (fig. 82) sont difficiles à repérer, et sont parfois associées à CSH en « nid d'abeilles ».

Pas une seule trace de diatomite calcinée n'a été retrouvée dans les pâtes incorporant le CEM III.

4.6.2.6 - Conclusion

L'étude de l'incorporation des trois constituants majeurs dans des pâtes de ciment CEM I et CEM III montre que la perlite et les diatomites sont des pouzzolanes ayant une réactivité prononcée dans un tel milieu. En regard de la consommation de portlandite et de la formation de CSH, l'opale est le produit le plus réactif devant la perlite et la cristobalite.

Les grains de perlite (verre volcanique riche en silice) partiellement transformés en CSH sont encore observables au MEB tandis que les diatomites fluxées (recristallisées en cristobalite) sont assez rares et les diatomites calcinées (opale) sont presque introuvables. Ces observations ne coïncident pas, à priori, avec une réactivité de la perlite plus forte que celle de la cristobalite, contrairement à ce que laisse conclure l'Essai Chapelle (cf. § 442). Il y a donc lieu de penser que les grains de cristobalite n'ayant pas réagi sont parfaitement enveloppés dans la pâte de CSH.

Les produits de ces différentes réactions pouzzolaniques sont $C_xS_yH_z$, comme le montre la très forte intensification du pic endothermique alloué à la déshydratation du silicate calcique

hydraté lié à une diminution de celui de la portlandite. $C_xS_yH_z$ est directement formé à partir des réactions pouzzolaniques, mais aussi grâce à la consommation de portlandite qui déplace l'équilibre chimique de la réaction d'hydratation du clinker. Dans le cadre de ces essais spécifiques un autre facteur intervient dans une moindre mesure ; il s'agit de l'eau de gâchage supplémentaire responsable d'un plus fort degré d'hydratation du clinker.

L'augmentation considérable de $C_xS_yH_z$ est bien plus marquée pour le ciment CEM III que pour le ciment CEM I. L'ajout des pouzzolanes paraît donc être plus bénéfique au CEM III. Les essais mécaniques semblent confirmer également ce résultat puisque pour des conditions identiques, les résistances à la compression sont plus élevées pour les pâtes d'essais à base de CEM III (53 à 57 MPa pour le CEM III contre 51 à 54 MPa pour le CEM I).

Il semble que l'ajout de pouzzolanes entraîne la formation supplémentaire d'ettringite, observée au MEB sous la forme d'un gel recouvrant les parois des bulles d'air occlus. Avec le CEM III, l'adjonction des pouzzolanes a légèrement modifié les réactions d'hydratations classiques puisque l'on remarque l'apparition de nouveaux composés tels que $C_4A\bar{C}_{0.5}H_{12}$ et $C_4A\bar{C}H_{11}$, issus de la carbonatation des hydrates formés à partir de C_3A .

La réaction pouzzolanique consomme naturellement de la portlandite et en appauvrit la pâte de ciment durci. Ce phénomène se fait ressentir avec le ciment CEM I mais est considérablement accentué dans le cas du CEM III.

Les conditions expérimentales volontairement établies pour faire réagir une très forte proportion de pouzzolanes montrent les limites liées à un tel surdosage, à savoir une consommation de toute la portlandite disponible. Dans ce cas, le risque encouru est une diminution du pH du milieu détruisant ainsi les conditions nécessaires au bon vieillissement du liant et à la passivation des aciers.

4.6.3. Etude des mortiers

4.6.3.1 – Identification des mortiers étudiés

Elle a porté sur les fragments de certaines éprouvettes (tab. 61) ayant déjà servi à étudier le comportement mécanique à l'échéance de 90 jours, puis de nouveau conservés dans une piscine thermostatée à 21°C jusqu'à la préparation des échantillons pour l'étude.

Le mode de préparation des échantillons destinés à être analysés par MEB, AED et DRX est identique à celui ayant permis de préparer les échantillons des pâtes.

Tableau 61 : références, nature des ciments et ajouts des mortiers repris dans l'étude chimique

Références	Ciment	Ajout	Phase majeure
I 2	CEM I	- (témoin)	-
I 5	CEM I	Perlite	verre volcanique
I 23	CEM I	UF	cristobalite
I 29	CEM I	Dicalite 5000	opale
III 3	CEM III	- (témoin)	-
III 5	CEM III	Perlite	verre volcanique
III 11	CEM III	UF	cristobalite
III 8	CEM III	Speed Plus	opale

4.6.3.2 – Diffractions des rayons X (DRX)

Les diffractogrammes obtenus sur les mortiers sont difficile à analyser en raison de la multitude de pics générés par le sable normal et la moindre quantité d'ajouts. En effet, la proportion de pouzzolanes, ramenée à la masse de la gâchée de mortier, est cette fois ci très faible.

Les diffractogrammes obtenus sur les différents mortiers (cf. annexes) mettent en évidence une faible fraction des composés du clinker (C_3S et C_2S) et de gehlénite (pour les mortiers à base de CEM III) n'ayant pas réagi. Ils révèlent également la présence d'ettringite et une importante proportion de portlandite.

On constate systématiquement la présence d'un halo vitreux. Deux raisons permettent de l'associer principalement à la formation de CSH plutôt qu'à de l'opale ou de la perlite résiduelle. En effet, le bombement existe sur le diffractogramme du mortier incorporant la cristobalite alors que ce produit ne comporte initialement aucun halo vitreux. Par ailleurs, l'intensité maximale du halo vitreux des mortiers se situe pour une distance inter-réticulaire comprise entre 3.8 Å (témoin) et 3.4 Å (essais) tandis que ceux associés à la perlite et à l'opale sont centrés vers 4.2 Å. Quant à la cristobalite elle n'a pas totalement réagi puisqu'on distingue encore ses pics de diffraction.

Les mortiers réalisés avec le CEM III et les pouzzolanes ont formé, de façon analogue aux pâtes du même type, des hydrates hexagonaux $C_4A\bar{C}H_{11}$. Il semble cependant que ce produit existe dans le mortier témoin (présence du pic principal à 7.57 Å), mais il est plus franchement marqué dans le cas de l'adjonction de perlite et cristobalite.

4.6.3.3 – Analyses enthalpiques différentielles (AED)

Comme pour l'étude par DRX, les informations associées aux réactions entre la pâte et les pouzzolanes sont atténuées par celle liées à la pâte et aux granulats.

On ne constate pas de différence flagrante entre les AED obtenues sur les témoins et les essais respectifs incorporant les perlites et diatomites (cf. annexes). Les pics endothermiques détectés sont sensiblement les mêmes et leurs références figurent dans le tableau suivant (tab. 62). Il s'agit globalement des mêmes phases que celles rencontrées dans la précédente étude concernant les pâtes.

Tableau 62 : Principaux pics endothermiques rencontrés dans les DSC des mortiers (de CEM I et CEM III)

Composé	Température (°C)
H	0 et 100
$C_xS_yH_z$	100 à 120
Ettringite	120 et 160
CH	480
Quartz	576

Dans tous les cas, les mortiers d'essais (CEM I et CEM III) à base de pouzzolane, (perlite, diatomite calcinée ou fluxée), ont moins de chaux que leurs témoins respectifs car l'intensité du signal enregistré sur la courbe AED est plus faible. A l'inverse, le pic endothermique associé à CSH augmente légèrement, ce qui pourrait traduire une activité pouzzolanique, largement mise en évidence dans l'étude des pâtes.

A la différence des pâtes, les analyses enthalpiques différentielles (AED) des mortiers présentent systématiquement un épaulement vers 450 à 460 °C, situé sur le pic de la portlandite (480°C). Il correspond à une combinaison de la portlandite avec le carbonate de calcium et/ ou $C_xS_yH_z$ (Chloup-Bondant, 1996).

Dans les mortiers, la combinaison de la portlandite avec le carbonate de calcium peut être facilitée par une porosité plus importante que dans les pâtes, qui facilite les circulations. Dans le cas présent, deux facteurs expérimentaux contribuent à la carbonatation des échantillons de mortiers. La porosité, d'une part a pu être renforcée par les essais mécaniques préalables effectués (à 90 jours) à proximité de la zone échantillonnée puis, d'autre part un séjour dans l'eau jusqu'à l'échéance de l'étude (210 jours). L'épaulement semble renforcé lorsque des pouzzolanes sont incorporées dans les mortiers, ce qui paraît normal puisqu'elles sont généralement responsables d'une augmentation de la porosité des mortiers (cf. § 45).

La formation d'un composé proche de CSH combinant la portlandite et la silice semble être moins pertinent dans la mesure où il n'apparaît pas dans l'analyse AED des pâtes.

Quant aux mortiers élaborés avec des pouzzolanes et du CEM III, le pic de l'évaporation de l'eau (vers 100°C) est peu dissocié de celui de CSH (vers 110°C), sauf dans le cas de la diatomite calcinée. Cette constatation tendrait à montrer que l'opale contribue plus fortement à la formation de CSH que la perlite et les diatomites fluxées constituées de cristobalite.

4.6.3.4 – Observations au microscope électronique à balayage

Au niveau de la compacité et de l'aspect de la pâte de ciment, il n'y a pas réellement de différence entre les mortiers témoins et les essais. La pâte est toujours d'un aspect très massif et compact (fig. 83), avec la présence de cristaux d'ettringite (fines baguettes) et de portlandite (nombreuses plaquettes hexagonales) au niveau des bulles d'air occlus (fig. 84). Les cristaux ont, en effet, besoin d'espace pour cristalliser ; ces pores sont donc un endroit favorable à leur cristallisation. Les observations significatives ont donc été essentiellement menées au niveau des pouzzolanes introduites dans le mélange.

Les perlites ayant réagi avec les liants hydrauliques, dans les pâtes ou les mortiers, présentent sensiblement les mêmes caractéristiques. Les particules, encore nombreuses et facilement identifiables, sont enrobées d'une couche de CSH qui marquent une transition entre la pâte de ciment durci et la perlite pure. Dans les échantillons de mortiers, ce CSH formé au contact des perlites a souvent une morphologie caractéristique en « nid d'abeilles », particulièrement bien marquée si le ciment est du type CEM I (fig. 85).

Les diatomites fluxées (recristallisées en cristobalite) sont encore souvent visibles, même si elles ont largement participé à des réactions chimiques. Dans de nombreux cas les formes des frustules sont conservées mais sont recouvertes, voire remplacées par du CSH en « nid d'abeilles » (fig. 86). Lorsque le ciment utilisé est du CEM III la structure de $C_xS_yH_z$ devient

plus massive. On retrouve ça et là des frustules qui ne semblent pas avoir réagi et sont simplement enrobés dans la matrice cimentaire.

De façon analogue aux pâtes, on remarque que les diatomites calcinées, majoritairement composées d'opale, sont difficilement identifiables dans la pâte de ciment. Les rares frustules observés sont recouverts par $C_xS_yH_z$ compact (fig. 87 et 88) ou se situent dans une zone riche en CSH en « nid d'abeilles ».

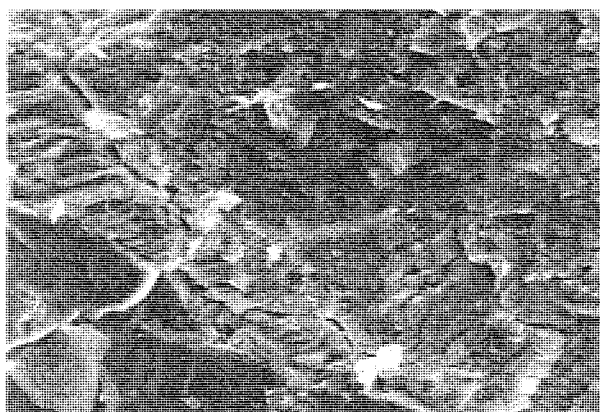


Figure 83 : Aspect de la pâte de ciment dans le mortier témoin (CEM I), CSH massifs et empilement de cristaux de Portlandite (plaquettes).



Figure 84 : Aspect de l'intérieur d'une bulle dans le mortier témoin (CEM I), cristaux de Portlandite (plaquettes) et ettringite (filaments).



Figure 85 : Particules de perlite, recouverte de CSH en « nid d'abeilles » (CEM I).

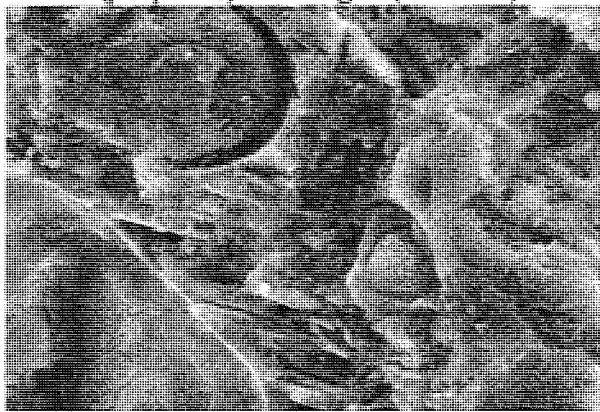


Figure 86 : Diatomites fluxées ayant réagi pour former des CSH en « nid d'abeilles » (CEM I).

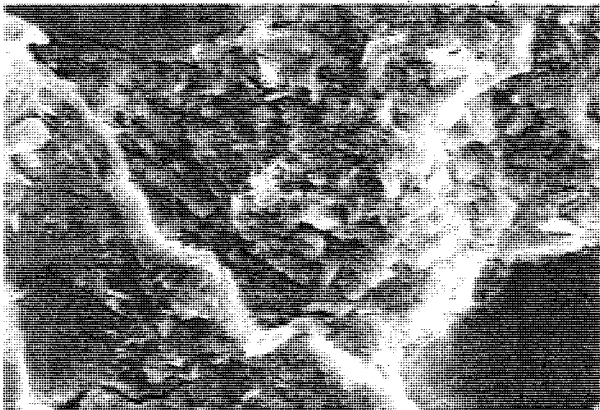


Figure 87 : Restes supposés, de diatomites calcinées ayant réagi (CEM I).

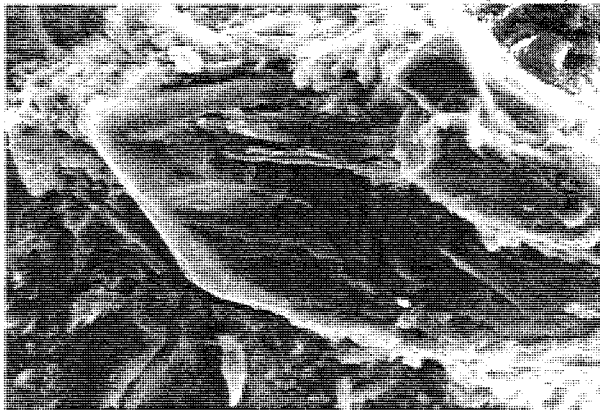


Figure 88 : Frustule de diatomite calcinée recouvert de CSH qu'il a formé en partie (CEM I).

4.6.3.5 - Conclusion

L'étude des mortiers n'apporte guère d'informations supplémentaires par rapport à celles déjà obtenues sur les pâtes. Malgré des résultats moins contrastés, il y a lieu de penser que les mécanismes liés à la réactivité des poudres sont globalement identiques.

On notera la présence plus fréquente de CSH en « nid d'abeilles » et la présence d'un composé résultant de la combinaison entre la portlandite et le carbonate de calcium, en raison d'une plus grande porosité des échantillons.

4.6.4. Conclusion

Cette étude détaillée des mélanges pouzzolanes – liants hydrauliques confirme la forte réactivité des composants minéraux d'un kieselguhr.

Elle a également permis de mettre en évidence des différences de réactivité de ces trois composés en présence d'un liant hydraulique. Si on se réfère à la consommation de portlandite et à la formation de CSH, on en déduit que l'opale est bien plus réactive que la perlite puis la cristobalite. Les observations par MEB mettent aussi en évidence cette grande réactivité et montrent deux comportements distincts dans la liaison pâte-pouzzolane. Les grains de perlite sont encore facilement observables et forment une auréole de transition entre la perlite n'ayant pas réagi et la pâte de ciment. Les diatomites, quant à elles, sont difficilement observables (cristobalite) à inobservables (opale) ce qui traduit, outre la réaction pouzzolanique, une parfaite incorporation, voire disparition, des fragments encore restants dans la pâte de ciment durci.

Il est intéressant de remarquer que la réactivité des différents produits se corrèle parfaitement avec leurs solubilités respectives et leurs réseaux cristallins. Les silices sont en effet d'autant plus solubles et réactives, que leur structure est désorganisée.

Les pouzzolanes réagissent systématiquement avec la portlandite pour former $C_xS_yH_z$. Cette consommation de portlandite est susceptible d'entraîner une meilleure hydratation du clinker et une diminution de la chaux libre (portlandite) dans la pâte de ciment durci. L'avantage industriel d'un tel phénomène est alors une diminution des efflorescences à la surface du béton, provoquées par une remobilisation de la chaux libre.

On pourrait s'attendre à ce que cette diminution n'intervienne qu'en présence d'une importante quantité de pouzzolanes et une hydratation poussée du clinker. Les essais réalisés sur les mortiers montrent qu'un ajout de pouzzolane en remplacement de 10% en volume de ciment, est déjà suffisant pour engendrer une diminution sensible de la chaux libre.

C'est le constat qui a également pu être fait sur les éprouvettes des bétons expérimentaux réalisés avec le CEM I (cf. chapitre 6). Au cours de leur vieillissement en piscine, les bétons sans kieselguhr diffusaient leur excès de chaux dans l'eau, qui au contact de l'air se recouvrait donc d'une pellicule de carbonate de calcium. Au contraire, les bétons incorporant des kieselguhrs ne libéraient pas/ peu de chaux dans l'eau et la surface de l'eau de la piscine demeurait limpide.

Les analyses par DRX et AED montrent que les réactions occasionnées par les pouzzolanes ne perturbent pas réellement les réactions classiques dans les pâtes et les mortiers. Dans le cas de l'utilisation du ciment CEM III, on assiste juste à la formation de $C_4A\bar{C}_{0.5}H_{12}$ et $C_4A\bar{C}H_{11}$.

On remarque enfin l'existence d'une très bonne corrélation entre la réactivité des poudres en présence de CEM I ou de CEM III, et les réactivités similaires calculées à partir des valeurs des essais mécaniques sur les mortiers (valeur du coefficient « q », cf. § 456). On aboutit en effet aux mêmes conclusions sur l'ordre de la réactivité des poudres, et on constate qu'elles sont en tout état de cause plus bénéfique au CEM III qu'au CEM I.

Les résultats des essais physico-chimiques se corrélaient moins à la réalité des analyses chimiques. L'essai Chapelle accéléré donne des résultats acceptables tandis que l'essai de conductivité aurait tendance à montrer que la perlite est plus réactive que l'opale.

4.7. INFLUENCE DE L'AJOUT DES KIESELGUHRS SUR LA PRISE HYDRAULIQUE

Puisque les constituants des kieselguhrs ont des propriétés pouzzolaniques et réagissent avec les composants des ciments, il est intéressant de mesurer les répercussions éventuelles qu'ils entraînent au niveau de la prise des ciments. Les variations de temps de prise de différentes pâtes de ciment incorporant des perlites et des diatomites ont donc été étudiées.

La prise des différentes pâtes a été mesurée suivant la norme NF P-431, où l'on considère que la prise de la pâte a lieu lorsque l'aiguille de Vicat arrête sa course à plus de 2.5 mm du fond du moule. Durant la durée de l'essai, le moule tronconique rempli de pâte est conservé dans de l'eau thermostatée à 20°C.

Pour chaque pâte testée, la quantité d'eau de gâchage a été préalablement ajustée afin de conduire tous les essais sur des mélanges ayant une consistance normalisée (NF P-402). Le tableau suivant (tableau 63) reprend les principales caractéristiques des mélanges : ciment, poudre incorporée, rapport C/E, consistance. Une première série a d'abord été réalisée avec les ciments purs (témoins), puis une deuxième avec des mélanges composés des mêmes ciments dont 10% du volume avait été remplacé par un volume équivalent de pouzzolanes.

Les pouzzolanes utilisées sont des produits CECA neufs (perlite, diatomites calcinée et fluxée) et la diatomite usagée D2 traitée à 500°C (cf. § 36). Les ciments sont les CEM I 42.5R, CEM II /BS 42.5 et CEM III /A 42.5 de la cimenterie des Ciments Luxembourgeois à Esch-sur-Alzette.

Tableau 63 : Caractéristiques des pâtes réalisées pour l'essai de prise

Ciment ¹	Pouzzolane ²	Eau ³	E/C	Consistance ⁴
CEM I : 500g	-	130	0.26	33mm ; 65sec.
CEM II : 500g	-	130	0.26	33mm ; 60sec.
CEM III : 500g	-	140	0.28	34mm ; 60sec.
CEM I : 450g	Flo / M : 34g	170	0.38	33mm ; 45sec.
CEM II : 405g	Flo / M : 30g	168	0.41	35mm ; 4sec.
CEM III : 405g	Flo / M : 30g	168	0.41	33mm ; 15sec.
CEM I : 450g	DIC / B : 34g	167	0.37	33mm ; 15sec.
CEM II : 405g	DIC / B : 30g	149	0.37	31mm ; 20 sec.
CEM III : 405g	DIC / B : 30g	149	0.37	33mm ; 20sec.
CEM I : 405g	CBL : 30 g	157	0.39	37mm ; 10sec.
CEM II : 405g	CBL : 30 g	163	0.40	37mm ; 7sec.
CEM III : 450g	CBL : 34 g	188	0.42	37mm ; 7sec.
CEM I : 405g	D2-500°C : 30g	152	0.37	32.5mm ; 45sec.
CEM II : 450g	D2-500°C : 34g	176	0.39	33mm ; 60sec.
CEM III : 405g	D2-500°C : 30g	158	0.39	32mm ; 40sec.

1 : Type de ciment et masse incorporée ; 2 : Type de pouzzolane et masse incorporée ; 3 : Volume d'eau en ml ; 4 : enfoncement de la sonde de consistance et durée de l'enfoncement

Le tableau suivant (tab. 64), présente les temps de prise obtenus.

Tableau 64 : Temps de prise et retards enregistrés par rapport au témoin pour les différentes pâtes

Ciment	Témoins		Type de pouzzolane							
			Flo/M		DIC/B		CBL		D2-500°C	
CEM I	1h 55	-	2h 09	<i>14 min.</i>	2h 10	<i>15 min.</i>	2 h 11	<i>16 min.</i>	2 h 13	<i>18 min.</i>
CEM II	3h 10	-	3h 26	<i>16 min.</i>	3h 21	<i>11 min.</i>	3h 22	<i>12 min.</i>	3h 34	<i>24 min.</i>
CEM III	3h 40	-	4h 02	<i>22 min.</i>	4h 33	<i>53 min.</i>	4h 32	<i>52 min.</i>	4h 32	<i>52 min.</i>

En italique figure le retard de prise mesuré par rapport au témoin.

On constate, pour les témoins, que le CEM I a une prise rapide inférieure à deux heures, ce qui est normal puisqu'il s'agit d'un ciment à prise rapide classé « R ».

L'adjonction des pouzzolanes entraîne systématiquement un retard de prise du mélange hydraulique. Celui-ci varie selon deux paramètres qui sont la composition du ciment et la nature chimique de l'ajout. En effet, pour une même pouzzolane, les retards de prise respectifs augmentent d'autant plus que les ciments utilisés sont le CEM I, CEM II ou le CEM III. Ils sont de l'ordre de 10 à 20 minutes avec le CEM I et le CEM II et atteignent 20 à 50 minutes avec le CEM III.

Pour un même ciment, le retard de prise varie peu suivant les ajouts. Seul le CEM III enregistre une forte augmentation du temps de prise suivant qu'il est en présence de perlite ou de diatomites calcinée et fluxée. Ces dernières, et le kieselguhr D2-500°C, font doubler le retard de prise qui passe de 20 à 50 minutes.

Le début de la prise est conditionné par la saturation en chaux du mélange hydraulique et la précipitation de Portlandite (cf. § 241). Les essais physico-chimiques ont montré que les perlites et diatomites fixent rapidement de la chaux (cf § 44) ce qui diminue d'autant la concentration en ions Ca^{2+} et OH^- dans le milieu. Le produit de solubilité de la Portlandite est donc plus long à atteindre, ce qui a pour effet de retarder la prise.

Le retard de prise est proportionnel à la quantité de chaux fixée par ces produits. Elle dépendra donc de la réactivité du produit et de sa surface spécifique. Sur ce point, on constate

que le retard de prise est plutôt corrélé aux résultats de l'Essai Chapelle accéléré à 100°C. D'autre part, le retard de prise le plus important a lieu pour le ciment CEM III car c'est celui qui libère la moins grande quantité de chaux (en raison d'une faible proportion de clinker).

4.8. PROPOSITION D'UN PROTOCOLE D'IDENTIFICATION

Le but des études précédentes, menées sur des produits neufs, était essentiellement de caractériser, suivant de nombreux critères et méthodes expérimentales, les trois grands types de produits qui entrent couramment dans la constitution d'un filtre à kieselguhrs.

Mais de façon plus pragmatique, on se propose maintenant de retenir un certain nombre d'essais qui caractérisent des paramètres fondamentaux aptes à identifier un kieselguhr et apprécier son potentiel hydraulique dans des bétons.

Dans un premier temps, on propose des essais de base effectués sur des produits non traités (en vue d'adapter les paramètres de la calcination et/ou déterminer le prix du produit usagé) et des produits traités (afin de permettre une formulation précise du béton).

Ensuite, on suggère des méthodes plus sophistiquées ou plus longues destinées à identifier un kieselguhr de manière précise (la première fois, puis régulièrement). Le but serait alors de créer une banque de données sur les différents produits traités, sachant que les brasseries ne changent pas continuellement la composition de leurs filtres.

4.8.1. Les essais de base :

Mesure de la teneur en eau

Il s'agit d'un essai qui peut être effectué aussi bien lors de la récupération du produit, que lors de son incorporation dans le béton, sous forme de pâte fluide (cf. §63). Dans le premier cas il peut servir à déterminer le prix de vente du kieselguhr usagé, dans le second il est nécessaire pour pouvoir formuler correctement les gâchées.

Mesure du taux de matière organique

C'est un essai essentiellement destiné aux kieselguhrs usagés avant leur calcination, dans le but d'évaluer la calcination nécessaire pour obtenir une élimination correcte de la matière organique.

A titre de contrôle, certains essais pourront parfois être conduits sur les kieselguhrs calcinés à 500°C.

Absorption

C'est un paramètre indispensable (avec la teneur en eau) pour connaître la quantité d'eau efficace présente dans la gâchée.

Même si la méthode de mesure de l'absorption par évaporation d'eau (cf. § 423 et 4342), peut encore être améliorée, elle semble être efficace et adaptée.

Demande en eau et calcul de la compacité

Les mesures régulières de la demande en eau et de la compacité (cf. § 4342) peuvent permettre de suivre l'évolution de la qualité du produit sur le plan de la granulométrie et des particules qui le constituent. En effet, des changements importants du squelette granulaire du kieselguhr peuvent être simplement détectés de cette façon.

Masse volumique

La masse volumique en vrac (cf. § 2162) du produit, mesurée sur le produit compacté est nécessaire pour pouvoir calculer les volumes et masse de produit dans les formules de béton, mais il n'est, à priori, pas utile de la mesurer régulièrement.

La masse volumique réelle peut être mesurée, mais n'est pas réellement nécessaire dans notre cas.

4.8.2. Essais destinés à une étude approfondie

Essai Chapelle accéléré à 100°C

Cet essai n'est pas rigoureusement concordant avec les propriétés pouzzolaniques déduites des essais sur mortiers et des analyses de chimie minérale. S'il permet effectivement de montrer que l'opale est la phase la plus réactive, il attribue à la perlite une réactivité légèrement moins élevée que celle de la cristoballite (cf. § 442) contrairement aux essais sur mortiers (cf. § 457) et aux analyses chimiques (cf. § 464).

Cette inversion pourrait être liée aux surfaces spécifiques respectives des différents produits sans que l'on puisse l'affirmer, en raison d'un manque de données dans le cas présent. Dans l'essai Chapelle, la réactivité apparente des diatomites fluxées serait ainsi favorisée par rapport aux perlites, dont la surface spécifique serait plus faible. Au contraire, dans les essais réalisés sur des pâtes et des mortiers âgés de 28 ou plus de 200 jours, la différence de surface spécifique ne serait plus un facteur déterminant.

L'essai Chapelle accéléré à 100°C est cependant sensible à l'opale (qui se caractérise par une forte consommation de chaux dans cet essai). Il peut donc être intéressant de l'utiliser pour comparer, en valeurs relatives, les différents kieselguhrs entre eux.

Il peut servir pour des études ponctuelles, voire même pour des contrôles réguliers

Composition minéralogique

Les diffractogrammes des produits permettent d'apprécier rapidement et simplement les proportions de cristobalite et de quartz (produits cristallisés) d'une part, d'opale et de perlite (caractérisés par un halo vitreux) d'autre part. Ils ne permettent pas cependant de faire la

distinction entre l'opale et le verre volcanique, aux propriétés pouzzolaniques pourtant bien différentes. Il faut dans ce cas obtenir des informations auprès du brasseur ou avoir recours à des observations au MEB.

Microscopie électronique à balayage

Pour envisager l'utilisation éventuelle d'un nouveau kieselguhrs usagés, il peut être utile d'effectuer quelques observations au MEB. Elles permettent de donner des informations précises sur la morphologie des grains, le type d'absorption et la composition du filtre (proportions respectives de diatomites fluxées et calcinées ou de perlite, provenance des diatomites)

Il n'est nullement nécessaire de mener systématiquement ce type d'étude sur des arrivages réguliers d'un même produit, mais sur des produits nouveaux afin de les caractériser de façon précise.

Essais à 28 jours, sur mortier

Les essais sur mortiers offrent le gros avantage de pouvoir mesurer directement les répercussions entraînées par un kieselguhr au niveau de la résistance mécanique d'un liant hydraulique. Tels qu'ils ont été menés, c'est à dire en ajustant tous les paramètres dans le même référentiel, ils ont permis d'aboutir à des conclusions (classement de la réactivité des produits, réactivité relative des produits vis à vis des types de ciments) qui se corrèlent parfaitement avec une partie des résultats établis à partir des études de chimie minérales

L'inconvénient de ces essais est leur durée de 28 jours, qui ne permet donc pas d'obtenir des résultats rapides. Il peut donc être intéressant de les mener dans certains cas particuliers, comme l'étude d'un nouveau kieselguhr en vue de son éventuelle utilisation dans des liants hydrauliques.

4.8.3. Bilan

Suite à cette série d'essais destinée à identifier les kieselguhrs, on pourrait penser que leur incorporation dans les bétons nécessitera beaucoup de contrôles et d'essais de caractérisation de la réactivité.

En réalité il est possible que, dans la majorité des cas, les différences de réactivité entre les diverses provenances de kieselguhrs ne se fassent pas réellement ressentir au niveau de la résistance finale des bétons. Cela limiterait d'autant le nombre d'essais destinés à caractériser régulièrement la réactivité.

En revanche, les essais de base destinés à connaître les propriétés physiques des kieselguhrs devront certainement être effectués régulièrement pour pouvoir conserver des qualités constantes aux bétons.

4.9. CONCLUSION

Ce chapitre, consacré à l'identification et à la réactivité des kieselguhrs, est formé de deux parties essentielles.

Une recherche bibliographique qui a tout d'abord permis de rassembler des travaux antérieurs sur la réactivité des kieselguhrs et diverses techniques d'étude des fines et des pouzzolanes. Cette première partie a été complétée par la mise au point d'une méthode de mesure de l'absorption et un inventaire des techniques d'études « classiques » susceptibles d'être utilisées pour la caractérisation des kieselguhrs.

Une étude appliquée, qui a ensuite mis en œuvre certaines des techniques précédentes, pour caractériser une douzaine de produits, neufs et usagés, puis quantifier leur réactivité par des essais physico-chimiques, des essais sur mortiers et une étude chimique détaillée de pâtes et mortiers incorporant des diatomites et des perlites.

Cette étude a finalement permis de proposer différents essais qui constituent un protocole d'identification des kieselguhrs.

Un **travail de recherche antérieur** a montré que mélangées à de la chaux, les diatomites sont des produits très réactifs et qu'elles entraînent la formation de CSH au bout de 7 jours. Elle montre également que la cristobalite participe aussi en forte proportion à la réaction.

Un autre travail antérieur a consisté en l'incorporation de diatomites dans des bétons, en vue d'élaborer des bétons à hautes performances. Elle a montré que les diatomites améliorent la qualité des bétons en apportant un gain de résistance mécanique appréciable, une baisse de la perméabilité et de la diffusion des ions chlorures. Elle entraîne cependant une baisse de la fluidité du mélange, qui oblige à utiliser de forts dosages en superplastifiant.

Un certain nombre de techniques susceptibles de permettre l'étude des propriétés des fines et des pouzzolanes ont également été inventoriées dans la bibliographie, outre les **techniques classiques** (recherche de la masse volumique, granulométrie Laser, étude de la morphologie au MEB, fluorescence et diffraction des rayons X) que l'on a systématiquement utilisé dans la suite de l'étude.

Ces **techniques particulières** permettent de mesurer la compacité d'une poudre (par centrifugation, compaction mécanique, mesure de l'EBV et par demande en eau-pâte lisse), la réactivité pouzzolanique d'une poudre (essai Chapelle accéléré, conductivité, ou par analyse de la granularité au granulomètre Laser), ou quantifier la phase amorphe présente dans un échantillon. L'absorption des diatomites a été déterminée par une méthode originale qui consiste à mesurer des taux d'évaporation de l'eau dans un échantillon.

Ces recherches et réflexions préliminaires une fois menées, l'étude expérimentale a porté sur 11 échantillons neufs, et un kieselguhr usagé.

Les différentes études concordent entre elles et permettent toujours de définir de grandes tendances qui caractérisent indépendamment les différents types de produits ; diatomite calcinée, diatomite fluxée, perlite.

La **minéralogie** est liée à la composition initiale, et elle peut être modifiée par le traitement thermique industriel. Les diatomites naturelles sont essentiellement constituées d'opale plus ou moins hydratée et un peu de quartz (provenant du gisement). La calcination croissante transforme cette opale amorphe en cristobalite (phase structurée). Le taux d'opale et de

cristobalite est donc fonction du degré de calcination. Ainsi les diatomites simplement calcinées comportent en plus ou moins grande quantité chacune de ces deux phases et parfois un peu de quartz. Par contre les diatomites fluxées, portées à plus haute température en présence d'un fondant, sont entièrement recristallisées en cristobalite. Quant aux perlites, ce sont des verres volcaniques amorphes ne comportant pas, ou très peu, de phases cristallisées.

Les **compositions chimiques** montrent que les diatomites sont très riches en silice (88% de SiO_2 et contiennent un peu d'alumine et de fer (environ 2.5% en poids d'oxydes). En raison de leur traitement à haute température en présence d'un fondant, les diatomites fluxées contiennent un peu de sodium (3%). Les perlites sont des roches essentiellement silico-alumineuses (SiO_2 , 75% ; Al_2O_3 , 12.7%) avec toutefois des éléments alcalins (potassium et sodium : 8% cumulés).

La **granulométrie** des éléments de ces différentes poudres étudiées au MEB montre que les *diatomites calcinées* ont généralement un d_{50} proche de 10 à 20 μm , et que les frustules sont presque toujours fragmentés, suite aux différents broyages que les diatomites ont subis au cours du traitement industriel. La présence de petits canalicules de l'ordre du micron montre que les particules n'ont pas fondu au cours du traitement thermique. Ce n'est pas le cas des *diatomites fluxées* qui ont généralement subi une fusion partielle manifeste. Le traitement thermique a également permis de souder des frustules entre eux. Il se forme ainsi de petits amas de frustules dont le d_{50} peut atteindre 40 μm . Les **morphologies** des frustules sont variées et caractéristiques d'un gisement et d'un produit. Les gisements français des produits étudiés ont surtout des frustules en forme de capsules allongées finement percées, des baguettes et quelques rares cylindres. Les gisements américains des produits étudiés ont quant à eux des frustules en forme d'aiguilles, des disques de 30 à 70 μm de diamètre et des cylindres parfois présents en grande quantité dans certains échantillons.

La morphologie des perlites est tout autre. Les particules sont de plus grande taille (d_{50} estimé, aux alentours de 70 μm) et la plupart des particules ont des formes en esquilles. On retrouve aussi des coques arrondies plus ou moins fragmentées, et des morceaux de perlite qui ont une structure de ponce (enchevêtrement de bulles).

Ces morphologies particulières engendrent des répercussions sur les **propriétés physiques** des produits qui sont d'une manière générale peu compacts (compacité comprise entre 30 et 40%), poreux et ont par conséquent une grande absorption (de 15 à 45%). Par conséquent, ces produits présentent de fortes demandes en eau. On peut distinguer deux catégories de produits, les perlites d'une part (demande en eau de 0.70), et les diatomites calcinées et diatomites fluxées d'autre part, qui ont une demande en eau plus forte (valeur de 1 et plus).

Les essais **physico-chimiques** ont mis en évidence différents niveaux de réactivité des pouzzolanes qui correspondent aux trois catégories de produits étudiés, les diatomites calcinées ou fluxées et les perlites. L'analyse par microscopie à balayage du filtrat résultant de l'essai Chapelle a également permis de mettre en évidence la formation d'un produit fortement apparenté à des CSH.

Pour ce qui est de la réactivité, les deux types d'essais montrent que dans tous les cas les diatomites sont bien plus réactives à l'état calciné, encore riche en opale, qu'à l'état fluxé, recristallisé en cristobalite. Le comportement de la perlite est plus ambigu puisque suivant l'essai, elle est tantôt plus réactive que l'opale (essai de conductivité), tantôt comparable à la réactivité de la cristobalite (dans l'essai Chapelle accéléré). La cause pourrait en être la cinétique des différentes réactions qui se retrouverait inversée au cours du temps.

Dans les mortiers, la substitution de 10% du volume de ciment par un volume égal de perlite ou de diatomites ne permet pas de retrouver la résistance mécanique à la compression du mortier témoin. Ces résultats bruts ont toutefois montré que l'opale réagit plus fortement que les perlites et les diatomites fluxées, et que la réaction n'est pas immédiate puisque les effets des pouzzolanes se font progressivement ressentir sur la résistance mécanique à partir de la troisième semaine.

Le traitement des données précédentes permet une comparaison des mortiers incorporant ces pouzzolanes avec des mortiers équivalents « de référence » (même maniabilité, et C/E_{eff}), et montre que les diatomites et perlites n'occasionnent ni gain, ni baisse réelle des performances.

On constate en outre que le ciment CEM III bénéficie plus (en terme de résistance mécanique) de l'adjonction de ces pouzzolanes, que les ciments CEM II ou CEM I en raison, peut être, de sa plus faible proportion de clinker.

L'étude **détaillée de la réactivité des diatomites au niveau des mortiers** a permis de décomposer le problème en divers facteurs qui contribuent à définir l'apport réel des diatomites dans un mélange hydraulique. Comme les résultats l'ont montré, dans notre cas les différents facteurs s'annulent. Les facteurs chimiques sont responsables d'une augmentation de la résistance mécanique des mortiers, tandis que les facteurs physiques entraînent une diminution.

Sur le plan chimique, on constate que l'opale (diatomite calcinée) une réactivité bien plus marquée que la perlite et la cristobalite (diatomite fluxée) et qu'ils participent à la formation de $C_xS_yH_z$. Ces observations sont d'ailleurs bien corrélée avec le coefficient d'activité « q » déduit des résistances mécaniques obtenues sur les mortiers.

Les observations effectuées au MEB mettent en évidence deux comportements distincts. Les perlites réagissent surtout de façon superficielle, constituant ainsi une zone de transition progressive entre la particule et les CSH de la pâte de ciment, susceptibles d'offrir une plus grande cohésion mécanique. Au contraire, les diatomites sont difficilement observables (cristobalite) à inobservables (opale), ce qui indique qu'elles ont bien réagi et que les frustules restant sont parfaitement recouvert par les CSH (avec lesquelles ils peuvent avoir partiellement réagi).

En consommant de la chaux (portlandite) Ces réactions pouzzolanique favorisent une meilleure hydratation du clinker (déplacement de l'équilibre vers la droite) puisqu'elles consomment un des produits de la réaction. L'adjonction de pouzzolanes qui contiennent de l'eau, de par leur absorption, favorise aussi l'hydratation du clinker et donc une formation accrue de CSH.

Tous ces phénomènes responsables de la formation de CSH supplémentaires sont très favorables à une augmentation des performances mécaniques.

Sur le plan physique, l'incorporation de kieselguhrs dans les mortiers engendre, au contraire, des facteurs responsables de la baisse des résistances mécaniques. Il s'agit de l'augmentation du volume d'air présent dans le mélange hydraulique et de la décompaction occasionnée par les kieselguhrs.

La résultante mécanique liée à un apport de kieselguhrs est donc la résultante de l'action de ces différents facteurs et abouti suivant les cas à un léger gain ou à une légère perte de résistance mécanique. Dans la plupart des mortiers le gain de résistance apporté par les facteurs chimiques n'arrivent pas à compenser les pertes occasionnées par la décompaction et le volume d'air entraîné.

En définitive, on retiendra que les kieselguhrs peuvent être incorporés dans les liants hydrauliques sans que cela leur soit préjudiciable. Ils permettent au contraire d'occasionner une diminution de la quantité de la chaux libre restante, ce qui peut être un atout contre l'apparition des efflorescences.

L'élimination des kieselguhrs dans des liants hydrauliques d'usage courant est donc un procédé parfaitement envisageable.

Pour clore cette étude spécifique aux kieselguhrs, on a retenu un certain nombre de méthodes qui permettent de caractériser les kieselguhrs.

On distingue les analyses qui devront être régulièrement pratiquées tant sur les kieselguhrs en sortie des filtres des brasseries, que sur ceux, déjà calcinés, destinés à être incorporés aux bétons. Il est en effet important de connaître les valeurs de certains paramètres (teneur en eau, absorption, masse volumique, compacité...) pour pouvoir contrôler correctement la formule et les propriétés des bétons.

D'autres analyses plus sophistiquées ou plus longues sont plutôt destinées à la création d'une banque de données sur les caractéristiques des kieselguhrs rejetés par les principales brasseries. Elles peuvent aussi permettre de sélectionner les kieselguhrs les plus intéressants pour l'usage que l'on veut en faire, et aider à déterminer leur prix.

5. LES BETONS DE GRES FORMULATION THEORIQUE

Les chapitres précédents ont consisté en une étude détaillée des constituants, et plus particulièrement les kieselguhrs destinés à la formulation des bétons.

Elle a permis d'améliorer certaines propriétés des gravillons, mettre au point un procédé de retraitement des kieselguhrs et montrer leur potentiel pouzzolanique, ainsi que certains problèmes qu'ils ont pu engendrer dans les mortiers.

L'étude consiste maintenant à formuler des bétons, en commençant tout d'abord par des simulations théoriques destinées à choisir une formule de béton et prévoir ses propriétés à l'état frais.

Dans un premier temps, on fait donc une mise au point sur les formules à réaliser en rappelant certains aspects définis par la norme et les formules fabriquées par les partenaires industriels.

Après une brève présentation des modèles de formulation et de la démarche adoptée, on effectue des mesures préliminaires de compacité monodimensionnelle sur l'ensemble des constituants.

Ensuite, une série de simulations en employant tour à tour l'ensemble des granulats mis à notre disposition permet de sélectionner une formule optimisée de béton. Les propriétés de cette dernière à l'état frais sont également simulées et on étudie finalement les effets de l'adjonction de kieselguhrs sur la compacité du mélange.

5.1.FORMULES A REALISER

5.1.1. Rappel des spécifications de la norme BPE française P 18-305

Il existe une grande variété de bétons dont la formule dépend en principe des contraintes d'usage auxquels ils seront soumis. Celles-ci relèvent pour le moins de la nécessité d'un coulage facile et de l'obtention des propriétés mécaniques demandées. Mais les contraintes d'environnement doivent maintenant être aussi prises en compte pour des raisons de durabilité. Dans ce domaine, la norme P 18-305 relative aux «bétons prêts à l'emploi» (BPE) fabriqués en centrale fixe en particulier un rapport E_{eff} / L maximum et un dosage en liant équivalent, L , minimum en fonction de cinq classes d'environnement qui sont rappelées ci-après (tab. 65).

Tableau 65 : Classes d'environnement définies par la norme P 18-305

Classe E	Environnement correspondant
1	Intérieur sec (sauf piscines et quelques exceptions)
2a	Extérieur humide ; gel faible
2b ₁	Extérieur humide ; gel modéré
2b ₂	Extérieur humide ; gel sévère
3	Gel avec utilisation de sels de déverglaçage
4	Environnements marins (avec sous-classes)
5	Environnements chimiques (avec sous-classes)

En annexe de la norme figurent les niveaux de risques de gel établis à partir des données statistiques de la Météorologie Nationale pour les différents cantons français. On peut y voir que les cantons limitrophes du Luxembourg sont classés en environnement «2b₁» à «2b₂». On

peut donc logiquement considérer, à défaut d'autres informations, qu'il en est du même pour le Grand - Duché du Luxembourg.

Pour chaque classe d'environnement, la norme définit des spécifications en fonction du type de béton (non armé, armé, précontraint). Elle tient également compte d'éventuelles additions minérales admises en substitution partielle du ciment CEM I pour former un liant équivalent (cf. chapitre 452). Le tableau suivant (tab. 66) rappelle les différentes spécifications pour les classes «2b₁» et «2b₂» relatives aux BCN (bétons à caractères normalisés) et aux BCS¹ (bétons à caractères spécifiés).

Tableau 66 : Spécifications des BCN et BCS en fonction de la classe d'environnement (2b₁ ou 2b₂) selon la norme P18-305

Spécification	Type de béton	E 2b ₁	E 2b ₂
Rapport maximal $E_{eff}/(C+kA)$	non armé	0.60	0.55
	armé	0.60	0.55
Rapport maximal $A/(A+C)$	non armé	0.1 ²⁾	0.1 ²⁾
	armé	0.1 ²⁾	0.1 ²⁾
Teneur minimale en air du béton frais (%)	non armé	non spécifié	4 ¹⁾
	armé	non spécifié	4 ¹⁾
Teneur minimale en ciment ou liant équivalent (kg/m ³)	non armé	240	300
	armé	280	310
Résistance caractéristique minimale à 28 jours (MPa)	non armé	20	28
	armé	25	30

1) Le respect de cette valeur implique l'utilisation d'un entraîneur d'air (voir NF P 18-353)

2) Les additions «A» envisagées dans ce cas correspondent à des fumées de silice ou des fillers siliceux

La norme stipule également de fabriquer des bétons suffisamment fluides pour ne pas avoir à rajouter d'eau au moment de la livraison ou de la mise en œuvre. En effet, un apport d'eau de gâchage supplémentaire serait responsable d'une augmentation de la porosité et, donc, d'une baisse des performances mécaniques et de la durabilité (respect de E_{eff}/L maxi).

5.1.2. Impératifs d'usage

Les impératifs d'usage sont fixés par les partenaires industriels, d'après leurs besoins. Il s'agit concrètement de se rapprocher de deux formules des bétons prêts à l'emploi B25 et B35, en utilisant notamment le CEM III dont ils disposent.

Le tableau 67 indique, pour ces deux qualités de bétons, selon la consistance et la nature des granulats, les dosages moyens en ciment (CEM III), en eau et en fluidifiant habituellement utilisés.

Tableau 67 : dosages en ciment CEM III, en eau et en fluidifiant de certains BPE fabriqués par les partenaires industriels

Qualité	Nature des granulats	Consistance	E/C	CEM III ¹	E efficace	Fluidifiant ²
B 25	tout alluvion de Moselle 0/25	Plastique à fluide C2 à C3	0.65	270 à 290	175 à 188	0.15%
B 25	grès concassés et sables calcaires	Plastique à fluide C2 à C3	0.67	270 à 305	181 à 204	0.15 à 0.30%
B 35	tout alluvions de Moselle 0/25	Plastique à fluide C2 à C3	0.54	325 à 340	175 à 184	0.15 à 0.30%

¹ kg/m³

² % massique exprimé par rapport au ciment

¹ Les BCS respectent les spécifications du tableau 66, à l'exception de la résistance caractéristique, et supportent nettement moins d'autres contraintes que celles imposées aux BCN.

On remarquera qu'en raison du faible dosage en ciment et du rapport E/C élevé, les formules de béton B25 ne sont pas conformes aux spécifications de la norme BPE française pour les bétons coulés en extérieur.

5.1.3. Spécifications retenues pour les formulations

Rappelons que les objectifs de l'étude sont de réaliser des bétons dont les propriétés seront proches autant que possible de celles des bétons prêts à l'emploi présentés dans le tableau précédent. On visera donc comme seule spécification des bétons de type B25 et B35, d'avoir des dosages en ciment CEM III (voire en liant) de l'ordre de 280 à 330 kg/m³ et de consistance fluide.

Le squelette granulaire sera constitué du gravillon gréseux, du sable de Moselle et d'un sable correcteur gréseux.

Comme c'est généralement le cas des bétons modernes, les différentes formules seront systématiquement fluidifiées (emploi d'un plastifiant), si possible à la dose de saturation.

Enfin, pour l'ajout de kieselguhrs, on veillera à rester en dessous de la teneur d'additions minérales imposée par la norme, c'est-à-dire 10% exprimée par rapport à la masse de ciment et d'additions.

5.2. DEMARCHES DE LA FORMULATION THEORIQUE

Pour le praticien, un « bon béton » (résistant, durable, etc.) est synonyme d'un béton compact. On peut démontrer que cela nécessite d'atteindre des mélanges granulaires dont la compacité sèche est optimisée.

L'équipe de F. de Larrard a développé ces dernières années au LCPC un outil très performant qui permet de calculer la compacité théorique d'un mélange granulaire d'un grand nombre de coupures, en partant des propriétés effectives de chaque matériau entrant dans le mélange (granulométrie, compacité propre). La version de cet outil que l'on a utilisé est le « modèle de suspension solide, ou MSS » (de Larrard et al., 1994a, de Larrard et al., 1994b, Sedran et al., 1994). La compacité théorique « C » est calculée par le biais du volume partiel de la classe granulométrique dominante soumise aux interactions linéaires et additives des autres classes présentes (effet de paroi ou décompaction des petits grains au contact des gros, effets d'interférence ou décompaction des gros grains par l'intercalation de plus petits).

Depuis, ce modèle a été transformé, pour des raisons de lisibilité, en « modèle d'empilement compressible, ou MEC ». Il est associé au logiciel Bétonlab.pro destiné à la formulation moderne des bétons (recherche du meilleur béton qui satisfait un cahier des charges pouvant comprendre la grande majorité des propriétés dans le temps que l'on peut attendre d'un béton).

5.2.1. Le modèle de suspension solide : aspect théorique

La compacité virtuelle maximale « γ » d'un mélange multimodal réalisé géométriquement est donné par la relation suivante :

$$\gamma = \inf(\gamma_i)$$

$$\gamma_i \neq 0$$

$$\gamma_i = \frac{1}{\sum_{k=1}^m \left(\sum_{j=1}^{i-1} \left(y_{k,j} \left(1 - \left(1 - \frac{1}{\beta_{k,j}} \right) b_{i,j} \right) \right) + \sum_{j=i+1}^n \left(\frac{y_{k,j}}{\beta_{k,j}} a_{ij} \right) \right)} \quad (5-1)$$

ou : γ_i est la compacité virtuelle du mélange lorsque la classe i est dominante,
 m est le nombre de constituants du mélange,
 y_{kj} est la proportion volumique de la classe de taille d_j du constituant k ,
 y_i est la somme des y_{ki} ,
 a_{ij} et b_{ji} sont deux fonctions d'interaction indépendantes du constituant k qui désignent respectivement l'effet de désserrement exercé par le granulat j sur la classe i et l'effet de paroi subit par le granulat j de la part de la classe i .

β_{kj} est la compacité propre virtuelle de la classe de taille d_j du constituant k . Il s'agit de la compacité maximale de chaque classe monodimensionnelle i qui peut être atteinte par arrangement géométrique des grains, un à un. Dans le MSS, la viscosité relative associée à la compacité de cet empilement virtuel est infinie et, donc, non accessible expérimentalement. Toutefois, cette compacité virtuelle β_i peut être déduite de la compacité réelle α_i mesurée dans des conditions de « viscosité relative η_{ri}^* spécifiques », selon la relation :

$$\eta_{ri}^* = \exp \left(\frac{2.5}{\frac{1}{\alpha_i} - \frac{1}{\beta_i}} \right) \quad (5-2)$$

Pour un mélange multimodal, comme par exemple le squelette granulaire sec d'un béton, la compacité réelle est déduite de la relation implicite suivante :

$$\eta_{r_m}^* = \exp \left(\sum_{i=1}^n \frac{2.5}{\frac{1}{C} - \frac{1}{\gamma_i}} \right) \quad (5-3)$$

où : $\eta_{r_m}^*$ est la viscosité relative du mélange
 γ_i est défini précédemment

L'usage de ces outils nécessite donc de connaître la granularité des matériaux présents, la compacité réelle de leurs classes monodimensionnelles et les viscosités relatives atteintes au

moment de la mesure des compacités unimodales ou choisies pour le calcul de la compacité du mélange.

5.2.2. Viscosités relatives²

Dans le MSS, la valeur de « η_r^* » est prise égale à 136000. Elle correspond à la valeur de la viscosité relative d'un empilement aléatoire bloqué, obtenu avec des sphères unimodales. La compacité réelle d'un tel empilement est voisine de 0.64 alors que la compacité virtuelle de l'empilement hexagonal centré est de 0.74.

On admet que la viscosité relative η_r^* de l'empilement aléatoire bloqué d'un granulat naturel (monodimensionnel ou polydispersé) est aussi de 136000. L'empilement aléatoire bloqué est obtenu par exemple lorsque le granulat placé dans un conteneur est soumis à une contrainte de 10kPa et une vibration de 60Hz.

Pour les poudres, l'empilement aléatoire est obtenu par adjonction d'eau dans un malaxeur (en présence ou non de fluidifiant à la dose de saturation) jusqu'à avoir une pâte lisse (Sedran, 1999). La viscosité relative η_r^* est en principe différente de celle des grains secs, mais à défaut d'une échelle adéquate disponible au moment des mesures, on a gardé la valeur de 136000.

Pour la simulation des mélanges et la recherche des proportions optimales, nous avons encore gardé pour η_{rm}^* la valeur de 136000, sachant toutefois que cette grandeur n'est pas représentative d'un béton coulable. Les proportions optimales du squelette granulaire sont cependant très voisines de celles trouvées avec des valeurs de viscosité relative plus faibles.

Comme on le verra par la suite, quelques simulations de béton ont été faites avec bétonlab. Pro. Cet outil prend en compte pour le calcul des formules une valeur de compactabilité choisie en fonction des propriétés de coulage que l'on désire pour le béton. Il permet aussi de calculer des paramètres du béton frais comme la ségrégation du mélange, la viscosité, le seuil de cisaillement, les performances mécaniques...

5.3. ETUDE DES COMPACITES MONODIMENSIONNELLES

La recherche de la compacité d'un mélange granulaire avec le modèle de suspension solide (cf. § 54) nécessite de connaître la compacité virtuelle β_i des tranches granulométriques de chaque constituant (cf. § 53). Ces valeurs discrètes peuvent être aussi déduites de « fonctions compacité » qui décrivent l'évolution de ce paramètre en fonction de la taille des grains.

L'article reproduit ci-après décrit les méthodes d'acquisition des compacités réelles α_i (ou volume solide) nécessaires au calcul des β_i . Cette technique de mesure a notamment permis de mettre en évidence la structure granulaire singulière des matériaux gréseux.

Les matériaux étudiés sont d'une part le gravillon 8/20 n°1 (identifié sous le terme de « gravillon 4/20 ») et le sable de Brouh (identifié sous le terme « sable 0/2 »)

² Le terme de viscosité relative est ambigu. Le MEC Fait appel à un indice de serrage plus explicite.

Compacité des mélanges et propriétés des grains

André LECOMTE

Maître de Conférences

Jean-Michel MECHLING

Doctorant

JE 2167 « Structure et Matériaux »

EGA/IUT Génie civil de Nancy-Brabois

RÉSUMÉ

Cet article traite de la mesure du volume solide (compacité) des tranches élémentaires d'un granulat, paramètre utilisé par les méthodes modernes d'optimisation des mélanges granulaires. Après un rappel des procédés de mesure, il montre, à travers deux exemples, et comparativement aux normes de caractérisation des granulats, la pertinence de la méthode pour le décryptage des structures internes et des propriétés de morphologie et d'état de surface des grains.

On verra, dans le premier exemple, que cette méthode a permis d'expliquer les différences de performances mesurées sur des bétons fabriqués avec deux calcaires provenant de la même formation géologique. Elles sont liées à des nuances de texture et de rugosité des grains. Dans le second exemple, elle a révélé que la coupure conventionnelle à 63 ou 80 μm , entre fines et grains, ne coïncidait pas toujours aux différences de propriétés physiques mesurées selon les normes. Ces observations sont à relier à la nature et à l'histoire géologique des matériaux.

MOTS CLÉS : 36 - Granulat - Granulométrie (granularité) - Filler - Compacité - Degré de saturation (matér.) - Analyse chumuyge - Essai - Mélange.

Introduction

F. de Larrard et son équipe ont développé au Laboratoire central des Ponts et Chaussées une démarche scientifique originale pour formuler les bétons. Elle consiste en particulier à optimiser sur ordinateur la compacité d'un mélange granulaire en tenant compte des interactions réelles entre grains. Le modèle, dans sa forme actuelle, est baptisé « Modèle d'Empilement Compressible » (1998) [1], [2] et [3]. Il permet notamment des corrélations avec la rhéologie du béton frais. Ce modèle succède au « Modèle de Suspension Solide » (1994) [4], [5] et [6], lui-même précédé du « Modèle Linéaire de Compacité » (1988) [7].

Les calculs itératifs réalisés par ces outils utilisent principalement la *granularité* des matériaux à disposition et la **compacité** de leurs **tranches élémentaires**. Cette dernière propriété, qui dépend étroitement de la morphologie et l'état de surface des grains, conditionne largement la qualité de l'empilement granulaire et, finalement, celle du béton.

Pourtant, sa mesure ne fait pas partie des essais usuels d'identification des granulats.

Notre propos est de montrer l'intérêt qu'il peut y avoir à la généraliser, car elle apporte bien souvent des informations inédites quant à la structure interne du matériau.

La mesure de la compacité peut aussi constituer un moyen de caractérisation « en grand » de l'état de surface des grains, étroitement liée à l'histoire géologique de la roche. Elle devient alors une méthode complémentaire aux (rares) essais développés dans ce domaine (frottement-rugosité, écoulement-angularité, etc.).

Après une description des protocoles opératoires proposés pour mesurer la compacité d'un granulat, cet article présente deux exemples appliqués justifiant l'intérêt de la démarche. Le premier se rapporte à deux granulats calcaires extraits du même niveau stratigraphique, qui ont donné des bétons aux performances différentes. Le second concerne des granulats gréseux, qui présentent une césure entre « fines arrondies » et « gros anguleux » différente du « conventionnel » 80 μm . Ces comportements ont pu être expliqués ou révélés grâce aux mesures de compacité réalisées sur ces granulats.

Mesure de la compacité granulaire

Dans un volume unité de matériau poreux, le *volume* de matière *solide* Φ est égal, par définition, à la compacité.

Pour un granulat, ce volume solide va dépendre étroitement du mode d'arrangement des grains. Les termes de « suspension solide » ou « d'empilement compressible » déjà cités sont très explicites en ce sens, car ils montrent bien que la compacité dépend directement des moyens de mise en place. Prenons l'exemple d'un conteneur de mesure dans lequel on déverse une certaine quantité de granulats. La mise en vibration du récipient favorise l'imbrication des grains et provoque une diminution sensible du volume granulaire initial (ce qui revient à une augmentation du *volume solide* Φ). Si l'on comprime ensuite le granulat avec un piston, tout en maintenant la vibration, on arrive à augmenter encore la compacité, au détriment des déplacements internes devenus quasi impossibles. Enfin, si l'on relâche la pression, le granulat se dilate légèrement et les grains se remettent en mouvement, traduisant ainsi le comportement « élastique » du corps divisé.

Cet exemple montre la nécessité qu'il y a d'associer à toute mesure un protocole garantissant une *compaction* de référence ou, pour le moins, une compaction qui se réfère à une *échelle adéquate*... Dans les articles cités, l'intensité de la compaction est caractérisée par un paramètre, appelé *viscosité relative* ou *indice de compaction*, dont la valeur est liée au mode de mise en place. Les modèles établissent la relation entre ce paramètre et la compacité du mélange granulaire.

Les conventions adoptées dans le présent article seront décrites plus loin. Toutefois, des échelles numériques de compaction en fonction du mode de mise en place sont données dans les articles cités. Le lecteur y trouvera également les fondements des modèles de compacité auxquels il est fait référence.

Rappelons, d'autre part, que le terme « granulat » ne détermine pas en soi une taille de grain ou une étendue granulaire particulière. Il peut s'agir aussi bien de fines (voire d'ultrafines) que de sables, de graviers, de cailloux ou d'un mélange de plusieurs de ces « coupures ».

Il peut s'agir également de grains de même grossueur, extraits d'un échantillon par tamisage. Ce sont d'ailleurs ces **classes monodimensionnelles** d/D (avec $D = d\sqrt[10]{10}$ en général) qui nous intéressent particulièrement ici. Toutefois, en ce qui concerne les farines, les poudres, etc., on notera qu'il n'est pas simple d'extraire des « tranches élémentaires » de ces produits, ni d'obtenir des particules se comportant effectivement, à sec, comme des grains individualisés, non collés entre eux, notamment si des argiles sont présentes.

D'un point de vue pratique, il est donc nécessaire d'envisager plusieurs techniques de mesure de la compacité d'un granulat et de ses tranches monodimensionnelles, selon l'étendue et la position du spectre testé. Trois protocoles sont présentés ci-après.

Cas des grains (sans fines)

La convention retenue, comparable à celle décrite en [4], consiste à bloquer l'empilement « aléatoire » de grains en le soumettant à une vibration sous contrainte. Notons que cette opération n'amène pas le volume solide à sa valeur maximale, que l'on pourrait obtenir si l'on arrangeait un à un les grains, mais seulement à une valeur correspondant au serrage appliqué. Concrètement, la manipulation proposée consiste à placer dans un conteneur cylindrique un échantillon homogène de masse sèche M_s et à le soumettre à une vibration de 60 Hz réalisée par exemple avec une tamiseuse pour analyse granulométrique, pendant 2 minutes environ, sous une pression de 10 kPa transmise perpendiculairement par un piston plat. Le volume granulaire apparent V est calculé à partir de la section S du conteneur et de la hauteur minimale h de l'empilement, déterminée après plusieurs essais. Le volume réel des grains g est simplement déduit de M_s et de la masse volumique réelle du matériau ρ_r . La compacité c ou le volume solide mesuré Φ_m est alors :

$$V = Sh \quad g = \frac{M_s}{\rho_r} \quad c = \frac{g}{V} = \frac{M_s}{Sh\rho_r} = \Phi_m \quad (1)$$

Il se produit toutefois, aux limites du récipient, un effet de paroi qui « décompacte » l'empilement sur une certaine distance. Ce phénomène additif bien connu a été décrit et paramétré tout

d'abord par Caquot [8], puis, notamment, par Ben Aïm [9]. Il est associé au modèle de suspension solide [5] et au modèle d'empilement compressible [2] par le biais d'un coefficient k_w ajusté expérimentalement à 0,87 pour des grains roulés et 0,71 pour des grains concassés.

Ce coefficient k_w affecte un volume périphérique V_p (où agit l'effet de confinement) et il altère localement le volume solide Φ caractéristique du milieu « infini ». On écrit donc :

$$\Phi_m = (1 - V_p) \Phi + V_p k_w \Phi = \Phi [1 - (1 - k_w) V_p] \quad (2)$$

Selon les auteurs précités, **pour des grains de même grosseur d** , l'effet de confinement agit sur une distance estimée à $d/2$. En exprimant alors le volume perturbé V_p par rapport à d , et en le relativisant à V , on obtient un coefficient q qui permet d'atteindre Φ à partir du volume solide Φ_m mesuré dans le récipient cylindrique (de rayon R) :

$$\Phi = q \Phi_m$$

avec

$$q = \frac{1}{1 - (1 - k_w) \left[1 - \left(1 - \frac{d}{2R} \right)^2 \left(1 - \frac{d}{h} \right) \right]} \quad (3)$$

Pour un granulat formé de plusieurs classes de grains de grosseur d_i , le recours à un modèle de compacité, comme le modèle d'empilement compressible ou le modèle de suspension solide, est nécessaire pour atteindre le volume solide Φ_i de chaque tranche élémentaire.

Dans ce cas, connaissant l'intensité de compaction atteinte au moment de la mesure, on cherche à retrouver avec l'outil le volume solide mesuré, Φ_m , en ajustant par itération les volumes solides élémentaires Φ_i affectés d'un coefficient q_i égal à :

$$q_i = \frac{1}{1 - (1 - k_w) \left[1 - \left(1 - \frac{d_i}{2R} \right)^2 \left(1 - \frac{d_i}{h} \right) \right]} \quad (4)$$

Cas des fines

Le problème est comparable par certains aspects au cas précédent. En effet, comme cela a déjà été précisé, il paraît exclu de mesurer directement sur des fines le volume solide Φ_i de chaque tranche élémentaire. On passe donc par un modèle qui restitue le volume solide Φ_m de tout le produit (dont on connaît la granularité), après avoir ajusté par itération la fonction qui caractérise les volumes solides élémentaires Φ_i .

Comme pour toute mesure de volume solide, la phase expérimentale doit être réalisée avec des fines compactées à une intensité déterminée. Par convention, la compaction de référence est obtenue lorsque le mélange, formé d'une masse M_s de produit sec et d'une masse W d'eau, atteint dans un malaxeur à vitesse rapide l'état de « pâte lisse » [6]. Dans cet état standard, on admet que les interstices entre les grains sont juste emplis d'eau et que les particules commencent à être suspendues dans la phase aqueuse continue. La demande en eau W/M_s sert alors à calculer le volume solide Φ_m selon la relation :

$$\Phi_m = \frac{1}{1 + \rho_a \frac{W}{M_s}} \quad (5)$$

où ρ_a est la masse volumique absolue de la poudre.

L'état de « pâte lisse » est repéré par des essais dichotomiques où l'on introduit en une seule fois dans le malaxeur la poudre et une certaine quantité d'eau. Un dosage rapide par ajout progressif d'eau dans le mélange, jusqu'au changement d'état, permet d'apprécier en amont le volume à incorporer.

On remarque d'autre part que la « consistance normale », telle que mesurée avec la sonde de Vicat, est atteinte pour certaines poudres (ciment, fillers siliceux, diatomites, etc.) avec une quantité d'eau à peine supérieure à celle nécessaire à l'obtention de la pâte lisse.

D'autre part, dans les bétons, les fines sont très souvent défloculées grâce à l'ajout d'un plastifiant ou fluidifiant organique ou minéral. L'essai peut alors être conduit en présence du produit choisi, à sa dose A de saturation [10] exprimée par rapport à M_s . Si cet adjuvant est conditionné en phase aqueuse, il faut encore tenir compte de sa teneur en eau w_{adj} . La relation devient alors :

$$\Phi_m = \frac{1}{1 + \rho_a \left(\frac{W}{M_s} + \frac{A}{1 + w_{adj}} \right)} \quad (6)$$

Par ailleurs, beaucoup de particules fines sont poreuses et absorbent une part non négligeable d'eau. C'est le cas par exemple des diatomites ou de certains calcaires. En supposant d'une part que l'absorption Ab de la poudre est connue et, d'autre part, qu'elle est satisfaite durant l'essai comme cela paraît vraisemblable, compte tenu de la faible distance à parcourir par l'eau dans les petits grains, le volume solide Φ_m est alors donné par :

$$\Phi_m = \frac{1}{1 + \rho_r \left(\frac{W}{M_s} - Ab \right)}$$

ou encore, en présence d'adjuvant (7)

$$\Phi_m = \frac{1}{1 + \rho_r \left(\frac{W}{M_s} + \frac{A\%}{1 + 1/w_{adj}} - Ab \right)}$$

avec ρ_r la masse volumique réelle de la poudre.

Cas des mélanges comprenant des fines et des plus gros grains

Il est parfois nécessaire de mesurer le volume solide d'une grave naturelle ou d'un mélange de granulats comportant des éléments de toutes tailles (fines, sable, gravillon, etc.), ne serait-ce qu'à titre de comparaison avec les valeurs restituées par un modèle.

À sec, dans ce type de mélange, les « fines » restent généralement agglomérées entre elles ou collées sur les plus gros grains. Leur compacité et leur granularité effectives diffèrent donc de celles prises en compte dans les simulations (particules individualisées), ce qui entraîne des écarts fréquents entre mesures « pessimistes » et prévisions « optimistes ».

Pour résoudre ce problème, le procédé proposé consiste à travailler dans le même cylindre que précédemment, avec une quantité d'eau (et de fluidifiant le cas échéant) à peine supérieure au volume des vides (inter et intragranulaire). Le liquide permet alors de « lubrifier » les particules, notamment les plus fines, de les individualiser et de leur transmettre la poussée d'Archimède, comme dans un béton par exemple. Le volume des vides intergranulaires peut être estimé par simulation, en considérant la granularité des matériaux, la compacité des tranches élémentaires et le niveau de compaction appliqué durant l'essai. Le piston doit alors être muni d'un filtre pour laisser passer l'excédent d'eau. Le calcul du volume solide est identique à celui proposé pour les grains secs. Pour les grains poreux, il faut encore satisfaire au préalable l'absorption par une imbibition conventionnelle.

Ces manipulations sont simples, mais parfois fastidieuses à réaliser, notamment lorsqu'il s'agit d'extraire en quantité suffisante les classes monodimensionnelles d'un granulat. En revanche, les résultats permettent souvent d'expliquer certains comportements originaux, comme les exemples ci-après se proposent de le montrer.

Exemple des granulats calcaires lorrains

Nous avons récemment formulé plusieurs bétons avec des granulats calcaires provenant de deux carrières (repérées *Carrière A* et *Carrière B*)

implantées à 25 kilomètres l'une de l'autre, au sud de Nancy, dans la même **formation géologique** du Bajocien moyen lorrain [11], [12] et [13].

Les principales propriétés physico-mécaniques de la roche et des granulats, mesurées selon les normes en vigueur, sont rappelées dans le tableau I. La granularité, fines comprises, des deux coupures 0/6 et 6/20 sélectionnées dans chaque carrière sont portées sur la figure 1.

On remarque la bonne concordance des propriétés physiques normatives des deux matériaux. Toutefois, la roche de la *Carrière B* présente une résistance à la traction plus faible, probablement associée aux valeurs plus faibles des coefficients Los Angeles et Micro Deval du granulat et aux plus fortes teneurs en fines de concassage du sable, partiellement argileuses au demeurant.

Pourtant, les bétons formulés avec ces deux matériaux selon la démarche de Baron-Lesage [14], dans des proportions équivalentes, donnent des performances très différentes, à l'avantage de la *Carrière A* comme l'attestent les résultats du tableau II présentés en exemple (ces bétons demandent un fort dosage de plastifiant, de 2,5 à 3 %, à cause de la présence des fines calcaires).

En effet, quelles que soient les gâchées, on constate expérimentalement que les bétons de la *Carrière B* demandent toujours plus d'eau efficace (et de fluidifiant) que ceux de la *Carrière A* pour pouvoir être coulés. Leur porosité finale est donc plus élevée et, d'après Féret [15], leur résistance mécanique s'en trouve obligatoirement amoindrie.

Divers essais complémentaires ont été entrepris pour tenter de limiter le besoin en eau de ces bétons [12] et [16]. Ils ont consisté pour l'essentiel :

- à laver les granulats ou à traiter le sable à la chaux dans le but d'atténuer d'éventuels effets néfastes des argiles ;
- à ajouter des cendres volantes mises à disposition de l'industriel pour améliorer la maniabilité (!) ;
- à recomposer le béton après réduction du spectre des deux coupures initiales et introduction d'une troisième coupure intermédiaire, afin d'augmenter la compacité des mélanges. Le taux maximum en fines a aussi été ajusté à celui recommandé par les spécifications.

Mais aucune expérience – industriellement coûteuse à réaliser – ne s'est révélée concluante :

- la « neutralisation » des argiles n'a pas donné de résultats probants ;
- les cendres volantes n'ont fait que raidir les mélanges ;

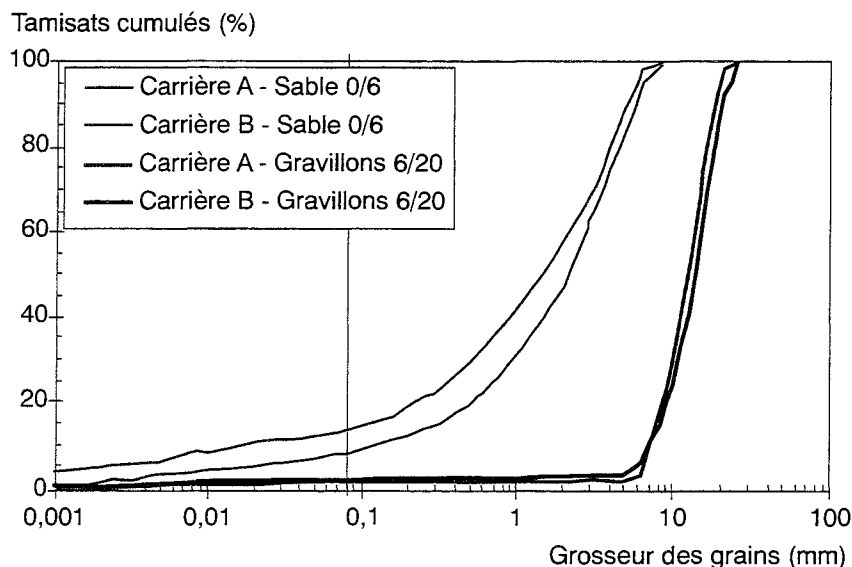


**Fig. 1 -
Granularité des
matériaux calcaires.**

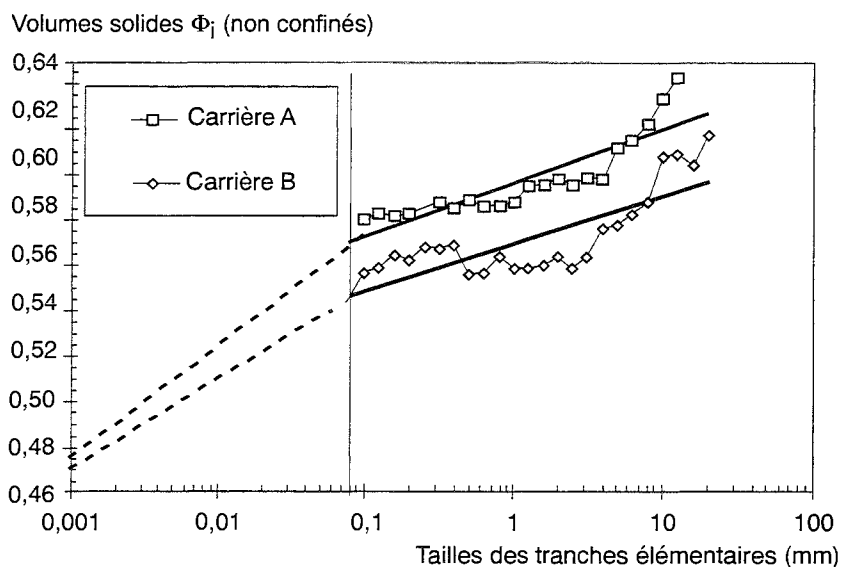


**Fig. 2 -
Volumes solides des
tranches élémentaires
des deux calcaires.**

– la coupure intermédiaire s’est avérée « décompactante » et le béton discontinu présentait une porosité toujours élevée ; le taux initial en fines, un peu supérieur aux prescriptions, n’a que peu d’influence.

Des mesures de volume solide sur tranches élémentaires ont alors été réalisées sur les granulats des deux carrières selon le procédé décrit précédemment pour les grains sans fines. Les points, ajustés au milieu non confiné grâce à la relation (3), sont reportés sur la figure 2 avec les lissages correspondants en traits pleins.

Des demandes en eau ont aussi été effectuées sur les fines, en présence de 2 % de fluidifiant. Elles

ont permis de proposer, pour chaque produit, une loi linéaire décrivant les compacités élémentaires Φ_i dans le repère semi-logarithmique. Ces lois ont été choisies de façon à vérifier *simultanément*, avec une précision satisfaisante :

- les volumes solides mesurés Φ_m lorsqu’ils sont recalculés avec un modèle prédictif de compacité ;
- la continuité logique avec les valeurs obtenues sur les tranches supérieures, du moins à proximité de la coupure conventionnelle à 80 μ m.

Les droites correspondantes sont présentées en pointillés sur la figure 2.

Il faut signaler que le comportement rhéologique des pâtes calcaires diffère généralement de celui des pâtes de ciment. Par exemple, les fines de la *Carrière B* donnent des pâtes « raidissantes » (formation brusque d'un bloc entourant l'arbre du malaxeur) qui évoluent lentement avec l'apport progressif d'eau. Celles de la *Carrière A* se comportent plus comme un « fluide binghamien » ayant un seuil assez élevé. Les pâtes de ciment présentent, elles aussi, un seuil de cisaillement, mais de valeur plus faible apparemment. *Rappelons que le but premier de l'essai est de calculer le volume solide d'une poudre placée à un état de compaction déterminé.*

Les courbes de la figure 2 montrent que les volumes solides des granulats de la *Carrière A* sont **toujours supérieurs** à ceux de la *Carrière B*, quelles que soient les tailles des grains. On observe aussi la décroissance, souvent constatée pour d'autres granulats, des volumes solides avec la dimension des grains.

Contrairement aux essais normalisés d'identification des granulats (qui n'ont pu différencier les matériaux), ce résultat démontre clairement que les faibles performances des bétons de la *Carrière B* sont dues à la faible compacité de ses granulats, ainsi probablement qu'à leur moindre performance mécanique (tableau I).

La confirmation est apportée par les simulations faites avec un modèle de compacité. Elles montrent en effet que tous les *mélanges* réalisés avec les granulats de cette carrière ont toujours une plus forte porosité que ceux de l'autre carrière. Par exemple, pour la formule présentée dans le tableau II, on obtient une porosité supérieure d'environ 5 % avec les granulats de la *Carrière B* ce qui, d'ailleurs, correspond approximativement à la quantité d'eau efficace (environ 50 litres pour 1 m³) qu'il faut ajouter à ce béton pour qu'il atteigne la consistance de celui de la *Carrière A*.

Il en résulte que les limites mécaniques de ces bétons ne pourront être dépassées que si l'on parvient à améliorer la qualité de l'arrangement granulaire. Pour cela, il faut :

- analyser les propriétés *morphologiques* et d'*états de surface* des grains, responsables manifestement des conditions d'empilement. Malheureusement, les essais normalisés sont peu développés en ce domaine ;
- quantifier par des méthodes simples (comme celle de la mesure des volumes solides) les effets de ces paramètres ;
- connaître en amont les raisons qui président à leur apparition. Comme nous le verrons plus loin, cela demande d'associer une étude pétro-

graphique et géologique (souvent oubliée) à la caractérisation des granulats sédimentaires.

Il s'agira alors de chercher un hypothétique mode de production palliatif des granulats de la *Carrière B* (exploitation sélective, concassage spécifique, etc.), afin de modifier autant que possible le « morphisme » de ses grains pour le rapprocher, par exemple, de celui des matériaux issus de la *Carrière A*.

TABLEAU I
Propriétés physico-mécaniques
des granulats calcaires utilisés
pour fabriquer les bétons

Critères	Carrière A	Carrière B
Masse volumique réelle (kg/m ³)	2510	2520
Absorption (%)	2,3 – 3,1	2,3 – 2,5
Aplatissement	9	5
Écoulement des sables [0,08/4] (s)	18	18
Coefficient volumétrique	26	27
Teneur en CaCO ₃	> 98	> 95
Teneur en fines du sable (< 80 µm)	9	14
Résistance à la compression sur roche (MPa)	72	73
Résistance à la traction sur roche (MPa)	8,5	3,8
Los Angeles (sur fraction 6,3/10)	23	31
Micro Deval en présence d'eau	19	32
Friabilité des sables	44	53

TABLEAU II
Bétons obtenus avec les matériaux des deux carrières
Exemple de formule plastifiée dosée à 350 kg
de CEMII/B pour 1 m³. Affaissement 10 cm

Critères	Carrière A	Carrière B
Eau efficace (kg/m ³)	195	242
Masse volumique (kg/m ³)	2403	2372
Résistance à la compression (MPa)	40	24
Résistance à la traction (MPa)	4,5	2,5

Exemple des grès du Luxembourg

Nous avons également étudié la compacité de granulats gréseux à matrice calcaire provenant de la formation des grès du Luxembourg (Het-tangien supérieur). Il s'agit, du point de vue de la géologie, d'une lentille régionale de plus de 100 mètres de puissance qui résulte d'apports terrigènes et thalassogènes. Elle est constituée d'une imbrication de faciès gréseux de résistance mécanique très variable, allant de sables peu consolidés à des roches bien indurées localement exploitées en pierres de taille. L'abattage et le concassage de ces grès donne des sables fins en grande quantité et des gravillons de bonne qualité (utilisés par exemple en assises de chaussées).

Des mesures de volumes solides sur tranches élémentaires ont été réalisées sur deux coupures prélevées dans deux carrières distantes d'une trentaine de kilomètres. Il s'agit d'un sable 0/2 primaire et d'un tout venant 0/20 secondaire. Les courbes granulométriques (fines comprises) de ces granulats, établies par tamisage pour la fraction grossière et par sédimentométrie pour la fraction fine, sont tout d'abord présentées sur la figure 3.

On constate sur cette figure que les matériaux sont assez particuliers. En effet :

- le sable contient plus de 60 % de grains compris entre 100 et 300 μm . Son « D_{50} » est de 220 μm et son module de finesse n'est que de 1,18 ;
- le tout venant 0/20 présente, lui aussi, dans sa fraction inférieure à 1 mm une part non négligeable d'éléments compris entre 100 et 300 μm (inflexion de la courbe dans cette tranche de tailles).

La présence de cette classe granulaire est à rapprocher, de toute évidence, de la nature du grès, qui est formé essentiellement de grains de quartz compris dans cette fourchette de tailles. Ces grains, liés par la matrice calcaire, sont libérés des faciès *les plus tendres* au moment du concassage.

Comme précédemment, les compacités des tranches élémentaires des deux granulats ont été mesurées selon les procédés décrits plus haut. Leur détermination nécessite la connaissance préalable de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption des matériaux [1] et [5]. Ceux-ci ont été soigneusement mesurés, pour le sable, sur le *matériau tel quel* selon la norme NF P 18-555 et, pour le tout venant, sur la *fraction 4/20* selon la norme NF P 18-554.

Les résultats sont portés dans le tableau III. Ils sont, là encore, assez différents d'un granulat à l'autre, à cause de la texture des grains. Le 4/20, formé quasi exclusivement de fragments de grès, est assez poreux (absorption plutôt élevée). Sa masse volumique est donc plus faible que celle du sable, constitué majoritairement, comme signalé plus haut, de grains de quartz individualisés (masse volumique réelle proche de celle de la silice).

TABLEAU III
Masse volumique et absorption des granulats gréseux
Mesures réalisées selon les normes en vigueur

Critères	Sable 0/2	Gravillon 4/20
Masse volumique réelle (kg/m^3)	2627	2392
Absorption (%)	0,60	2,75

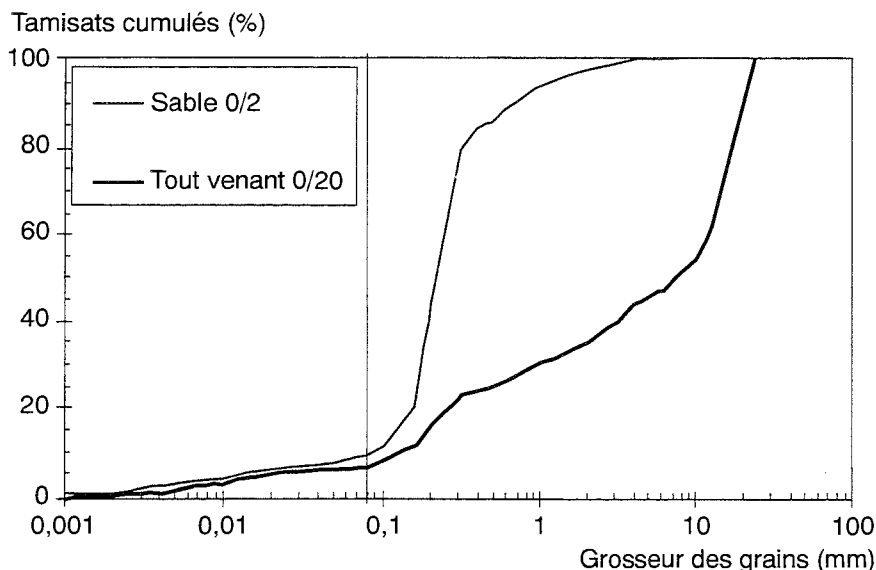


Fig. 3 - Granularité des matériaux gréseux utilisés pour les mesures de compacité.

Les volumes solides obtenus (Φ_i) sont portés sur la figure 4 avec, en trait pointillé pour les fines du sable 0/2, le lissage réalisé selon les consignes adoptées pour les calcaires (voir précédemment). On découvre que :

- les compacités du tout venant sont supérieures de 10 à 20 % à celles du sable, quelles que soient les tailles ;
- il existe pour chaque matériau deux familles de points correspondant soit aux éléments grenus de grosseurs supérieures à 800 μm , soit aux fines et aux éléments associés de tailles inférieures à 315 μm . Une césure apparaît dans la zone située vers 500 μm ;
- dans chaque famille, on observe une nette décroissance des volumes solides avec la taille des grains.

Avant de chercher une interprétation à ces phénomènes, il importe de vérifier qu'il ne s'agit pas simplement d'artefacts ayant pour seule origine les valeurs de masses volumiques réelles prises en compte dans les calculs. En effet, les propriétés physiques mesurées *selon les normes* sont des valeurs *moyennes*, caractéristiques d'un *granulat*, qui ne correspondent pas forcément aux propriétés effectives de chaque tranche élémentaire. Dans la population de grains qui constituent le matériau, la minéralogie et la texture ne sont généralement pas des constantes « transdimensionnelles ». C'est vrai en particulier pour ces matériaux sédimentaires gréseux constitués d'au moins deux familles de grains.

Fig. 4 -
Volumes solides
mesurés sur les grès.
Mesures brutes.

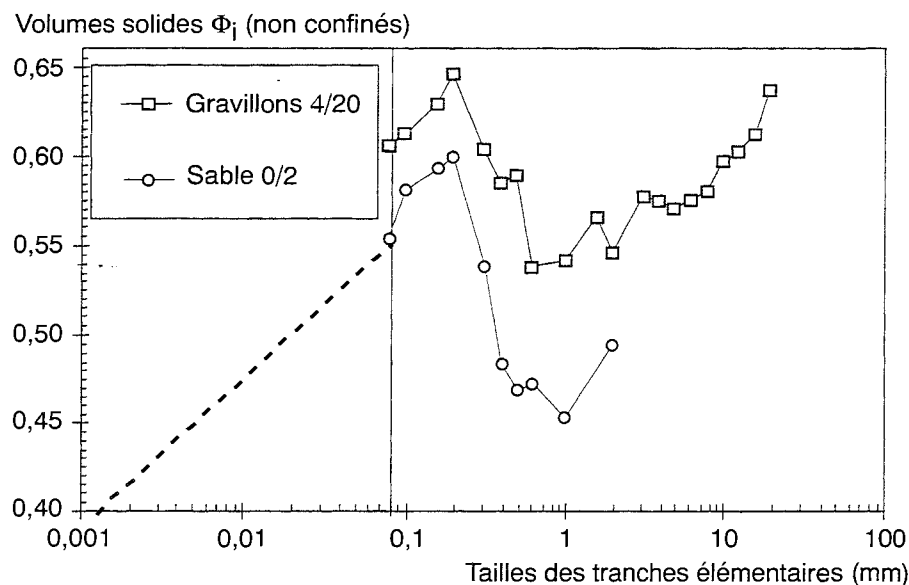
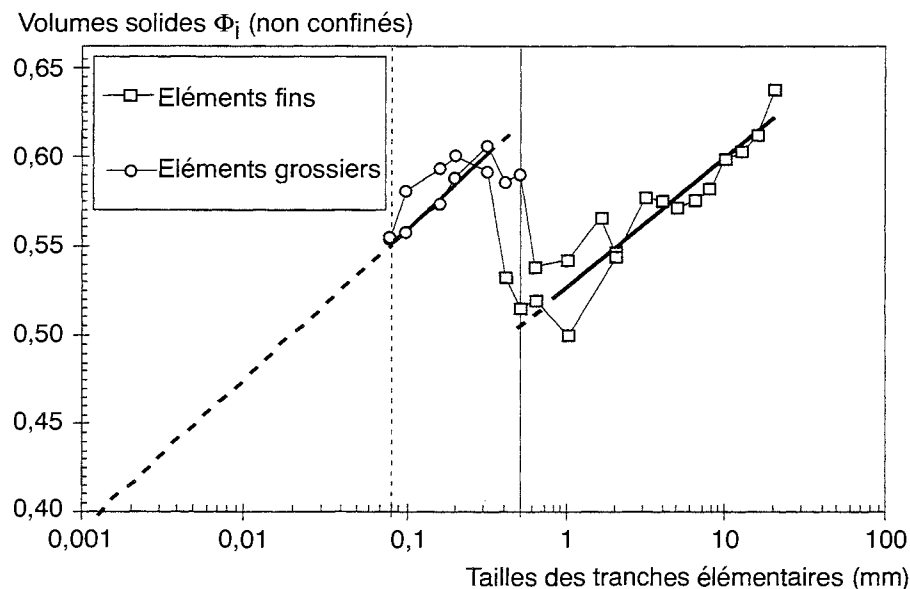


Fig. 5 -
Lissage des volumes
solides selon les frac-
tions fines et grenues.



Nous avons alors recalculé les volumes solides en considérant en première approximation, pour chaque matériau, une masse volumique réelle pour les particules fines ($< 315 \mu\text{m}$) et une masse volumique réelle pour les grains plus gros. Il aurait été fastidieux, voire irréaliste, compte tenu des techniques de mesures, de rechercher la masse volumique réelle ρ_{ri} de chaque classe de taille d_i de chaque carrière, bien que ce soit logiquement la seule approche réellement pertinente !

La masse volumique des éléments fins a été déterminée sur la tranche 0,16/0,2 du sable primaire. Celle des éléments grenus a été prise égale à la valeur mesurée précédemment sur la fraction secondaire 4/20. Les valeurs correspondantes, étendues aux deux fractions présentes, sont portées ou rappelées dans le tableau IV. On vérifie bien que la masse volumique des éléments fins est un peu supérieure à celle du sable entier, telle que mesurée selon la norme (tableau III).

TABLEAU IV
Masse volumique et absorption des granulats gréseux
Mesures réalisées selon les fractions granulométriques

Critères	Fraction 0/0,315	Fraction 0,8/20
Masse volumique réelle (kg/m^3)	2632	2392
Absorption (%)	0,26	2,75

Les nouveaux volumes solides obtenus sont portés sur la figure 5. On y découvre que le traitement a eu pour effet de superposer les deux courbes. Toutefois, la césure initialement observée vers $500 \mu\text{m}$ subsiste toujours, tout en étant atténuée en amplitude.

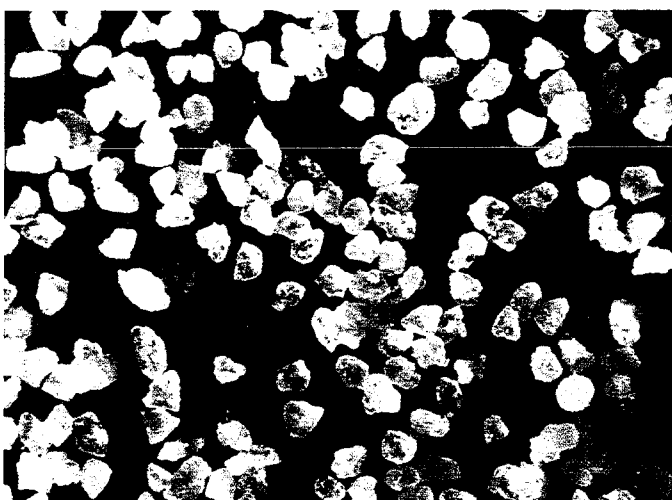
Les masses volumiques réelles appliquées aux deux fractions présentes dans ces granulats gréseux ne suffisent donc pas à faire disparaître le comportement binaire initialement observé. Elles ont toutefois permis de réunir les compacités des éléments grenus d'une part et celles des éléments fins d'autre part. Un lissage satisfaisant peut d'ailleurs être proposé pour chaque famille de grains (fig. 5) ; le premier concerne les éléments de tailles supérieures à $500 \mu\text{m}$; le second se rapporte aux éléments fins inférieurs à $500 \mu\text{m}$ associés aux fines. Observons que l'excellente continuité obtenue pour ce dernier démontre clairement que la coupure habituelle à $80 \mu\text{m}$, entre fines et grains, n'a pas de fondement physique dans le cas présent.

Il faut donc, comme pour les calcaires, se rapprocher des propriétés morphologiques et d'état de surface des grains, pour interpréter l'évolution des empilements élémentaires.

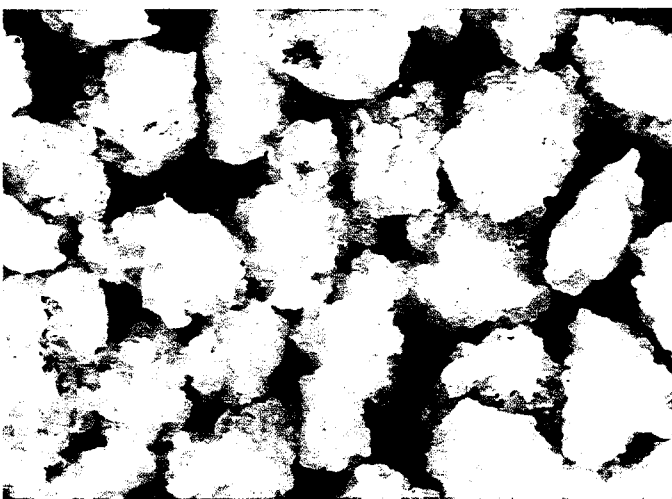
Volumes solides élémentaires et propriétés texturales des grains

Les deux exemples précédents ont montré des comportements très distincts selon la nature des matériaux granulaires. Reste à préciser cependant l'origine « génétique » des phénomènes observés et, si possible, à établir des corrélations entre certaines mesures physiques « classiques » et les mesures de volumes solides.

Commençons par les **granulats gréseux** qui viennent d'être étudiés. Rappelons tout d'abord qu'ils sont formés, pour les éléments fins, de grains siliceux individualisés d'environ 100 à $300 \mu\text{m}$ de diamètre et, pour les grains plus gros, de fragments de grès constitués des mêmes grains fins cimentés par une matrice calcitique.



a. Grains fins arrondis (0,2 mm) extrait du granulat gréseux.



b. Grains plus gros rugueux (0,8 mm) extrait du granulat gréseux.

Fig. 6 - Aspect de deux branches granulaires extraites du grès

Longueur du champ : 7 mm - Largeur du champ : 4,7 mm

Des observations détaillées à la loupe binoculaire (fig. 6) montrent que les éléments fins ont des surfaces généralement arrondies et lisses. Par contre, les éléments grossiers ont des formes irrégulières et anguleuses, et leur surface présente une certaine *rugosité* formée d'aspérités et de proéminences consécutives au mode de fragmentation du grès (rupture de la matrice de calcite avec contournement des éléments fins siliceux). Ces deux critères morphologiques décelés sur les *gros grains* méritent d'être analysés :

- la rugosité, que l'on peut par exemple définir par la hauteur moyenne des protubérances, paraît constante quelle que soit la taille des grains. Dans ce cas, son influence est faible vis-à-vis de la morphologie globale et son principal effet sur l'empilement est de réduire, d'une certaine valeur, *tous* les volumes solides mesurés (par rapport à des grains arrondis à surface lisse par exemple où la compacité maximale peut avoisiner celle d'un empilement aléatoire de sphères de valeur 0,64 environ) ;

- en revanche, la *forme* des grains grenus varie largement avec la taille. En témoignent les mesures d'aplatissement (NF P 18-561) et de coefficient volumique (ancienne norme NF P 18-301) exécutées sur la fraction 4/20 et présentées sur la figure 7. Il ne s'agit pas des essais « bruts » demandés par les spécifications et destinés à fournir des valeurs moyennes pour qualifier le matériau, sans considération des dispersions, mais des coefficients *partiels* obtenus sur *chaque classe élémentaire*. La figure 7 montre en effet que les petits grains du gravillon sont bien plus plats et allongés que ne le sont les gros. Il existe donc, dans le cas présent, une dépendance

directe entre le volume solide, qui diminue parallèlement à la taille (fig. 5), et la forme des grains telle que caractérisée par ces mesures élémentaires adaptées des modes opératoires normatifs.

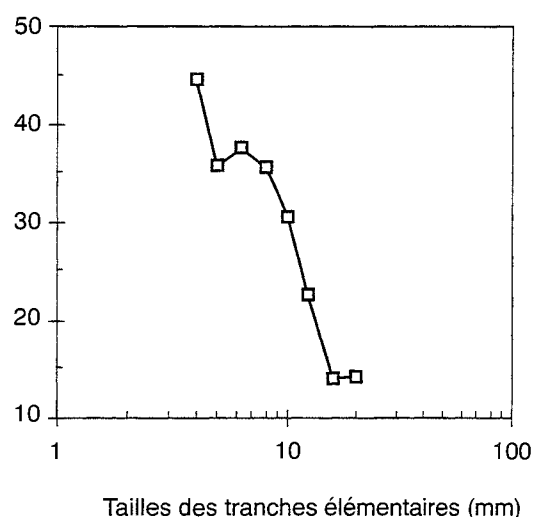
Ce sont les conditions de sédimentation et d'induration qui transparaissent dans la forme de ces gros grains et, donc, dans la compacité de leur empilement. L'observation géologique montre en effet que les grès les plus durs, bien que formés de bancs d'aspect compacts, présentent en réalité une stratification mécanique qui se marque par un délitement et des fractures en marches d'escalier de hauteur inférieure à 10 mm.

Au concassage giratoire par exemple, ce sont ces « litages » qui cèdent en premier et qui favorisent l'apparition de grains plats d'épaisseur égale ou inférieure à celle de ces strates élémentaires.

On voit bien d'ailleurs sur les courbes des figures 5 et 7 un changement de gradient vers 8-10 mm, de sorte que si l'on voulait affiner le lissage des points, on aurait plutôt tendance à proposer non pas une, mais deux, voire trois droites pour couvrir l'évolution des volumes solides dans cette zone du graphique.

Pour les petits grains de grès et les fines associées, on peut simplement constater (déplorer) qu'il n'existe pas de méthodes simples de caractérisation des formes. Les mesures des volumes solides, corrélées aux observations à la loupe, montrent toutefois que les plus gros d'entre eux, arrondis et lisses, s'arrangent plutôt bien puisque les compacités sont équivalentes à celles des grains grenus de tailles intermédiaires.

Coefficients partiels d'aplatissement



Coefficients partiels d'aplatissement

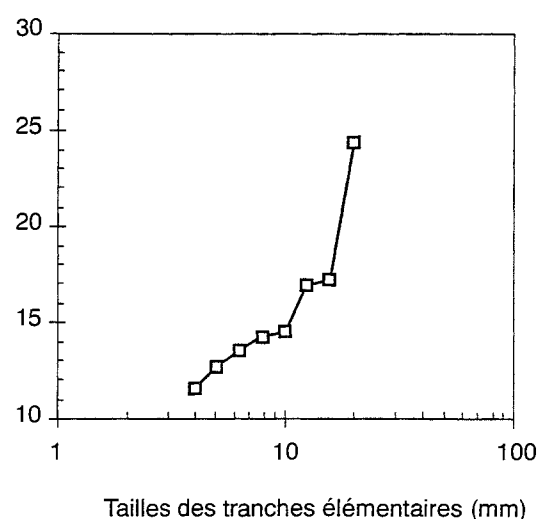


Fig. 7 - Fraction grenue des grès. Évolution des critères de forme avec la taille des grains

Plus on se déplace ensuite vers les éléments fins, plus on constate une baisse des volumes solides (mesures, puis lissage sur fines). Cette décroissance ne peut être liée, elle aussi, qu'à la morphologie « décompactante » des grains naturels qui, lorsqu'ils deviennent de plus en plus fins, présentent ordinairement des formes en esquilles, en aiguilles, etc. Celles-ci sont l'expression des cristaux et de leurs clivages, notamment, pour ces grès, celle des fragments de la matrice calcitique disloquée. À ces tailles, les différences de densité entre particules jouent probablement aussi. Dans ce cas, un lissage linéaire unique pour les fines et ultra fines ne peut être qu'approximatif, mais il n'existe pas encore de méthodes communes de caractérisation physique suffisamment fines pour ces petits et très petits éléments.

Les calcaires des *Carrières A* et *B* sont, quant à eux, majoritairement de type oolithique (le diamètre moyen des oolithes est de l'ordre de 500 μm). Toutefois, et contrairement au grès, les coefficients de forme des granulats (aplatissement, coefficient volumétrique (tableau I) sont de faibles valeurs et comparables entre matériaux. Il s'agit donc d'un autre phénomène qui agit sur la qualité de l'empilement des deux types de grains, seuls ou mélangés.

Nous pensons que c'est la *rugosité* de la roche qui joue ici un rôle prépondérant. En effet, bien qu'il s'agisse globalement des mêmes calcaires, on observe que ceux de la *Carrière A* présentent une texture légèrement « saccharoïde ». La genèse de ce phénomène paraît liée à la présence d'un fossé d'effondrement à l'endroit de la carrière. Dans cette zone, les calcaires ont subi une plus forte action des contraintes tectoniques et ils ont *partiellement*

recristallisé. Cela les a rendus plus homogènes, voire plus isotropes, comme le confirme d'ailleurs leur meilleure résistance en traction (tableau I).

La *Carrière B*, par contre, est située dans une zone non faillée. Les oolithes, bioclastes et autres polypiers indurés, cimentés dans une matrice micritique plus tendre et stratifiée, confèrent au matériau une structure plus hétérogène. À la cassure, il se formerait alors une *rugosité* en « têtes d'épingles », non décelée par les essais classiques, qui empêcherait le « bon » arrangement des grains.

Des observations *microscopiques* comparatives supplémentaires, portant sur les « états de surface », apportent des éléments de réponse. Elles montrent en effet que la surface des grains de la *Carrière B* est pourvue de fines aspérités en forme d'ovoïdes provenant notamment du déchaussement, lors du concassage, des petites oolithes formant le calcaire. Certains grains de la *Carrière A* présentent aussi cette particularité, mais ils sont disséminés parmi les grains plus cristallins, eux aussi oolithiques, à la cassure plus franche.

Ces deux rugosités sont chacune relativement constantes dans la tranche 0,1/4 mm des deux matériaux, car les pentes des lissages proposés sur la figure 2 peuvent comporter, comme proposé sur la figure 8, un palier quasi horizontal dans cette zone. Au-delà, ce sont les critères de formes liés, eux aussi, à l'expression d'une stratification, qui prennent l'ascendant. La modélisation de l'évolution des volumes solides avec la taille peut alors être affinée comme proposé sur la figure 8, afin de permettre une modélisation encore plus réaliste de la compacité des mélanges.

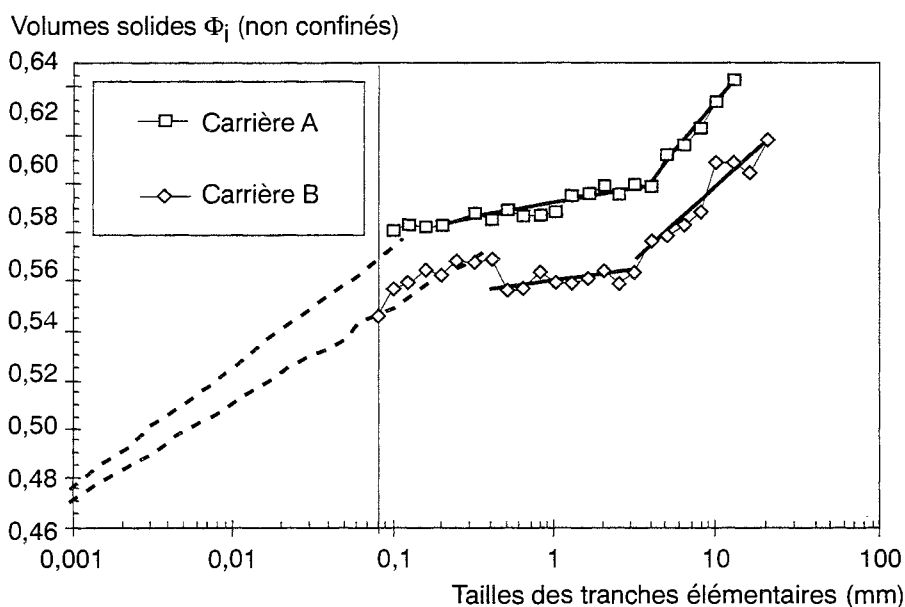


Fig. 8 -
Lissages affinés
des volumes solides
des deux calcaires.

Conclusion

Les deux exemples traités dans cet article montrent clairement l'intérêt qu'il peut y avoir à mesurer le volume solide des tranches élémentaires d'un granulat. Outre le fait qu'elle apporte les paramètres indispensables aux calculs de compacité réalisés par les modèles, cette technique fournit « à moindre frais » des renseignements généralement inédits sur les propriétés des grains.

Pour les calcaires, elle a permis d'expliquer les différences de porosité (résistance) observées entre deux bétons identiques *a priori*.

Pour les grès, les mesures ont révélé l'existence de deux familles de grains constituées, l'une des éléments supérieurs à 500 μm , l'autre des éléments plus fins associés aux fines. La coupure à

80 μm communément considérée par les praticiens n'a donc pas de sens physique dans le cas présent.

Ces mesures font partie des techniques d'optimisation moderne des mélanges granulaires, qui sont basées sur la prise en compte des effets induits par chaque grain ou, pour le moins, par chaque classe granulaire. Elles s'appliquent aussi bien aux mélanges « performants » qu'aux mélanges plus « courants », en particulier ceux qui utilisent des granulats non traditionnels.

Elles montrent enfin la nécessité qu'il y a de développer des essais plus sophistiqués que ceux définis par certaines normes actuelles, pour améliorer la caractérisation des propriétés des granulats, par référence aux observations géologiques toujours indispensables.

Remerciements

Les auteurs remercient M. Jean Voirin, du Laboratoire Screg-Est de Nancy, pour sa contribution à la caractérisation des matériaux calcaires. Ils n'oublient pas non plus le soutien matériel et logistique apporté par MM. Ferdinand et Guy Feidt, de la Société des Bétons Feidt, ainsi que par MM. Scharfe et Steichlein, du Laboratoire d'Essais des Matériaux des Ponts et Chaussées du Luxembourg.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] de LARRARD F., FERRARIS C.-F. (1998), Rhéologie du béton frais remanié, I : plan expérimental et dépouillement des résultats, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **213**, janv.-févr., pp. 73-90.
- [2] de LARRARD F., FERRARIS C.-F. (1998), Rhéologie du béton frais remanié, II : relations entre composition et paramètres rhéologiques, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **214**, mars-avril, pp. 69-80.
- [3] de LARRARD F., FERRARIS C.-F. (1998), Rhéologie du béton frais remanié, III : l'essai au cône d'Abrams modifié, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **215**, mai-juin, pp. 53-60.
- [4] de LARRARD F., SEDRAN T., ANGOT D. (1994), Prédiction de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide, I - Fondements théoriques et étalonnage du modèle, *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, **194**, nov.-déc., pp. 59-70.
- [5] de LARRARD F., SEDRAN T., ANGOT D. (1994), Prédiction de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide, II - Validation. Cas des mélanges confinés, *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, **194**, nov.-déc., pp. 71-86.
- [6] de LARRARD F., SEDRAN T. (1994), RENÉ-LCPC : un logiciel pour optimiser la granularité des matériaux de génie civil, *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, **194**, nov.-déc., pp. 87-93.
- [7] de LARRARD F. (1988), *Formulation et propriétés des bétons à très hautes performances*, Rapport de recherche LCPC, **149**, mars.
- [8] CAQUOT A. (1937), *Rôle des matériaux inertes dans le béton*, Mémoire de la Société des ingénieurs civils de France, pp. 562-582, juillet-août.
- [9] BEN AÏM R. (1970), *Étude de la texture des empilements de grains. Application à la détermination de la perméabilité des mélanges binaires en régime moléculaire, intermédiaire, laminaire*, Thèse d'État de l'Université de Nancy.
- [10] de LARRARD F., PUCH C. (1989), Formulation des bétons à hautes performances, Méthode des coulis, *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, **161**, mai-juin, pp. 75-84.

- [11] LECOMTE A., MASSON L., REMILLON A. (1995), Formulation de bétons courants avec des granulats calcaires lorrains 0/6 et 6/20, *Annales de l'ITBTP*, **539**, pp. 1-24, déc.
 - [12] ZENNIR A. (1996), *Bétons calcaires en Lorraine. Utilisation des granulats du Bajocien de Viterne pour la formulation de bétons courants*, Thèse de l'Université de l'UHP Nancy 1.
 - [13] LECOMTE A., ZENNIR A. (1997), Préface de F. de Larrard, Modèle de suspension solide et formulation de bétons calcaires en Lorraine, *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, **212**, nov.-déc., pp. 71-86.
 - [14] BARON J., LESAGE R. (1976), *La composition du béton hydraulique ; du laboratoire au chantier*, Rapport de recherche LCPC, **64**, déc.
 - [15] FERET R. (1892), *Compacité des mortiers hydrauliques*, *Annales des Ponts et Chaussées*, **7**, IV.
 - [16] VOIRIN J. (1998), *Contribution à l'étude des bétons de calcaires lorrains. Application au site de Viterne*, Diplôme de Recherches Doctorales, Université Henri-Poincaré Nancy 1, juin.
-

ABSTRACT

Mix compactness and the characteristics of grains

A. LECOMTE, J.-M. MECHLING

This paper deals with measurement of the solid volume (compactness) of slices of aggregate particles, a parameter used by modern granular mix optimization methods. The paper begins by reviewing the measurement procedures and then demonstrates, using two examples and with reference to standards for the characterization of aggregate particles, the validity of the method as a means of discovering the internal structure and the morphological and surface state of the grains.

From the first example we can see that this method was able to explain differences in the measured performance of concrete made with two limestones from the same geological formation. These differences are linked to differences in the texture and roughness of the grains. In the second example, the technique showed that the conventional separation between fines and grains that is imposed at 63 or 80 μm did not always coincide with the differences in the physical properties measured in accordance with the standards. These observations are to be linked with the nature and geological history of the materials.

5.3.1. Cas des différentes productions de gravillons 8/20 d'Altwies

Dans la publication précédente, le gravillon étudié est issu de la production industrielle (Ga 8/20 n°1). Au cours de l'étude de ce matériau (cf. § 22) on s'est aperçu qu'il était possible d'améliorer certaines propriétés morphologiques et mécaniques en modifiant le mode de concassage secondaire (cas de Ga 8/20 n°2 et Ga 8/20 n°3). Les nouvelles valeurs (Lecomte et al, 1999) de volume solide des différentes tranches granulométriques reportées dans le graphique suivant (fig. 89) montrent sans équivoque que le concassage expérimental a pour effet d'augmenter la compacité du gravillon.

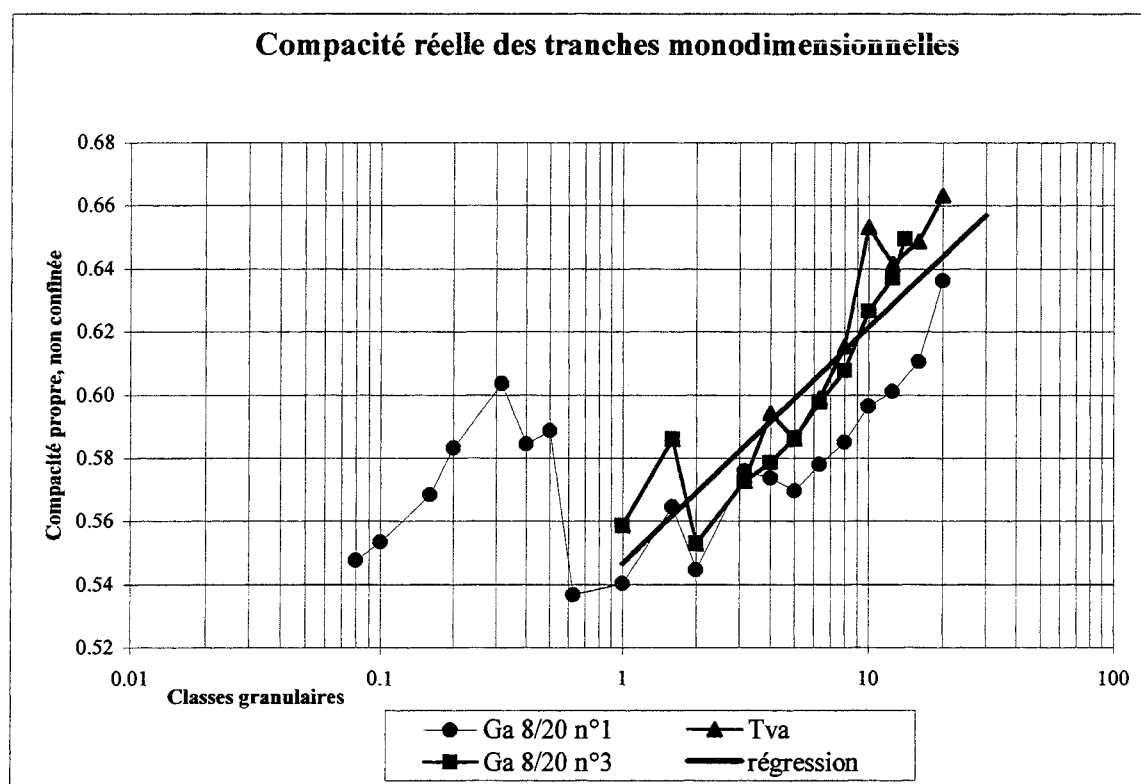


Figure 89 : Evolution de la compacité propre (α_i) non confinée des différentes productions de gravillon d'Altwies et tracé de la fonction compacité propre retenue (Ga 8/20 n°3).

Une régression linéaire a été effectuée sur l'ensemble des valeurs de volume solide des gravillons Ga8/20n°2 et Ga8/20n°3 et a permis d'ajuster directement la fonction compacité propre utilisée dans le MSS pour calculer la compacité des mélanges granulaires. Les paramètres de cette équation figurent dans le tableau récapitulatif (tab. 71)

5.3.2. Cas des sables issus des Grès du Luxembourg

Comme on vient de le voir dans la publication précédente pour le sable 0/2 de Brouh (Sb), le cas des sables gréseux est un peu différent en raison de la présence de deux familles de grains. Ce sont les fractions $[0/400\mu\text{m}[$ et $[400\mu\text{m}/d]$ pour lesquels on a défini deux ensembles de points obéissant chacun à une loi de compacité.

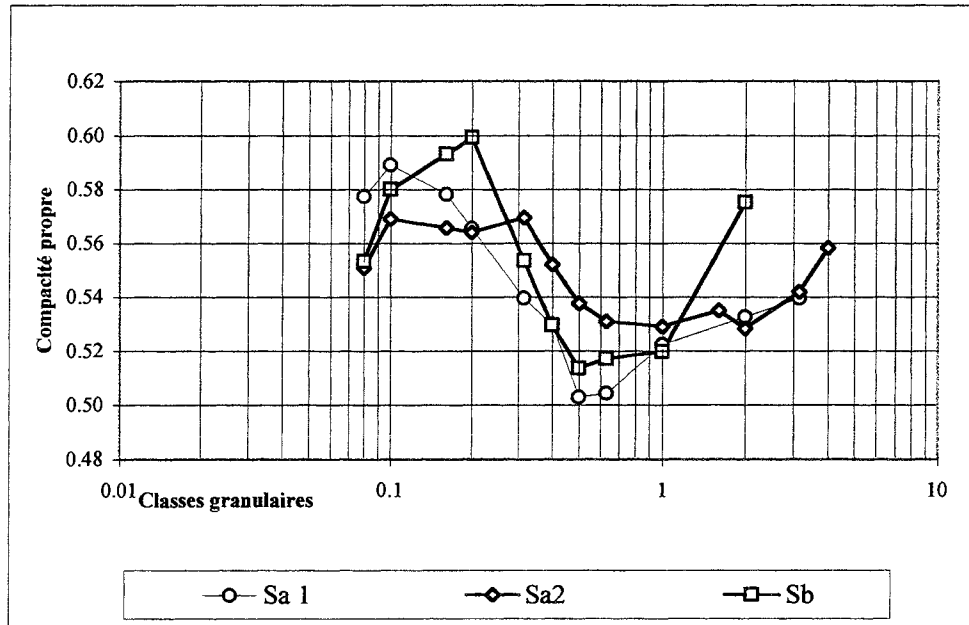


Fig 90 : Volumes solides (compacités) non confinés des tranches monogranulaires des sables gréseux

Les compacités globales des fines (inférieures à $80\mu\text{m}$) des différents sables gréseux ont été calculées grâce au test de la pâte lisse. Les mesures (cf. § publication précédente) ont permis d'ajuster une même équation des compacités propres pour l'ensemble des éléments de taille inférieure à $400\mu\text{m}$ (tab. 71).

On notera que le test de la pâte lisse est difficile à réaliser sur des fines en absence de ciment (la publication de Sedran 99, postérieure à ces travaux, préconise d'ailleurs d'opérer en présence de 10 et 20% de ciment et d'extrapoler la compacité à 0% de ciment). De même, en appui de la remarque précédente, on observe une différence significative entre la demande en eau-pâte lisse et la demande en eau mesurée avec la sonde de consistance Vicat, alors que cette différence est plus ténue pour les kieselguhrs et les pâtes de ciment.

Ces demandes en eau, réalisés sans ajout de fluidifiant, aboutissent au calcul des compacités des fines à l'état floculé.

Tableau 68 : Demande en eau relative au test de la pâte lisse et compacité des fines des sables gréseux.

Calcul des compacités des poudres

Echantillons	Wd (%)	Wdv (%)	densité absolue	Compacité
Fines Sa 1	0.2396	0.3087	2.692	0.608
Fines Sa 2	0.225	0.254	2.671	0.624
Fines Sb	0.2339	0.2857	2.688	0.613

Ou : Wd est la demande en eau pour l'obtention d'une pâte lisse

Wdv est la demande en eau pour l'obtention de la consistance normalisée à l'appareil de Vicat

Ainsi, pour les simulations, les sable gréseux 0/d sont considérés comme le mélange de deux fractions ; les éléments fins et arrondis compris entre 0 et 400 μ m d'une part, et les éléments grenus, rugueux, compris entre 400 μ m et d d'autre part. Pour obtenir la compacité du sable entier, il suffit alors de tenir compte des proportions réelles de ces deux fractions, donnée par la courbe granulométrique.

5.3.3. Cas du sable de Moselle

Contrairement aux sables issus des Grès, la compacité des tranches monogranulaires varie de façon assez monotone entre une valeur de 0.52 pour la tranche 80 - 100 μ m, et une valeur de 0.60 pour la tranche de 4 mm. Une régression linéaire, faite sur l'ensemble des valeurs permet d'avoir une équation satisfaisante pour l'évolution de la compacité (tab. 71).

La figure suivante reprend l'ensemble des mesures de volume solide obtenues avec les différents granulats, dont le sable de Moselle (fig. 91).

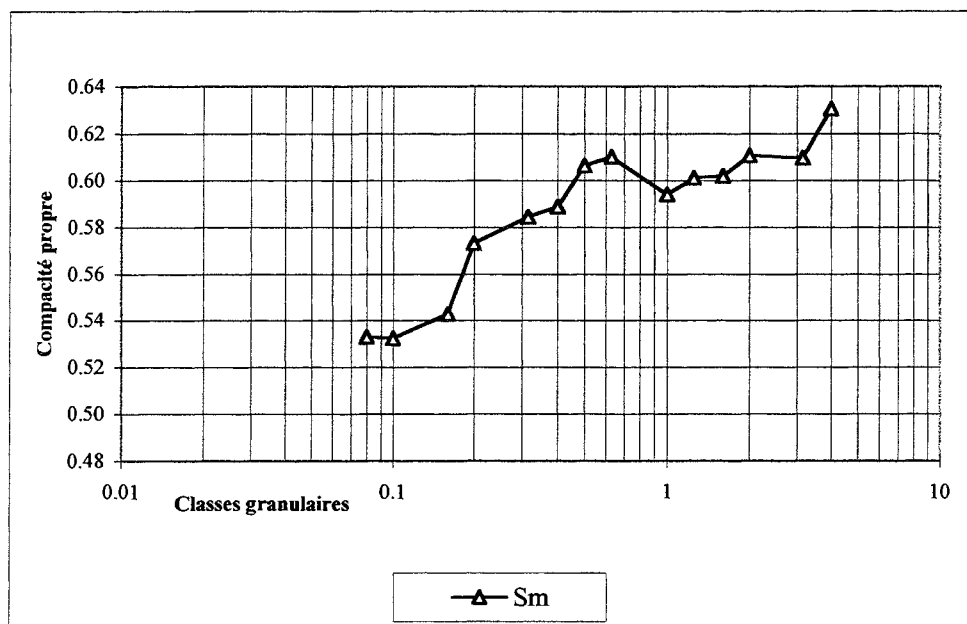


Fig 91 : Volumes solides (compacités) des tranches monogranulaires non confinées du sable de Moselle

5.3.4. Compacité propre des kieselguhrs

Dans le cadre des simulations, on cherche uniquement à quantifier l'impact global de l'ajout des kieselguhrs sur la compacité d'un mélange granulaire. Ce contexte autorise donc l'étalonnage des compacités à partir des propriétés physiques moyennes du produit, à défaut de connaître les propriétés de chaque constituant (d'ailleurs difficile à mesurer).

L'estimation de la compacité des kieselguhrs s'effectue de la même manière que pour les fines des sables gréseux (pâte lisse), mais en tenant compte de la forte absorption des particules. D'après nos données expérimentales (cf § 434), corrélées à la bibliographie, cette

absorption est de l'ordre de 0.35 pour les kieselguhrs D2. La même valeur a été retenue pour les kieselguhrs D1.

Tableau 69 : Demandes en eau (pâte lisse et sonde de consistance Vicat) des kieselguhrs.
Compacités correspondantes.

Echantillons	Wd (%)	Wdv (%)	densité absolue	compacité
D1, 500°C	1.03	1.05	2.06	0.41
D2, 500°C	1.46	1.51	2.24	0.29

Ou : Wd est la demande en eau pour l'obtention d'une pâte lisse

Wdv est la demande en eau pour l'obtention de la consistance normalisée à l'appareil de Vicat

Au regard des données bibliographiques (Freeman et al., 1995), on s'aperçoit que la valeur de compacité obtenue pour D1 est à la limite de la fourchette proposée par les auteurs. En effet les valeurs de porosité interparticulaire EBV (cf. § 434), complémentaires à la compacité interparticulaire qui est mesurée ici, sont comprises entre 0.2 et 0.6. Pour D2, la compacité est un peu faible. La difficulté de ces mesures réside dans les imprécisions, tant au niveau des densités, des absorptions que des porosités associées à ces poudres.

On retiendra finalement que la compacité de ces produits est relativement faible. Pour la modélisation, on a choisi l'hypothèse d'une compacité de 0.41, représentative d'un kieselguhr courant. La fonction compacité propre sera supposée linéaire avec « une ordonnée à l'origine » qui permet au MSS de retrouver la compacité globale (tab. 71). Il s'agit d'une compacité à l'état défloculé, dans la mesure où les kieselguhrs ne floculent pas dans l'eau à pH neutre (cf. § 242).

5.3.5. Compacité des ciments

Pour les modélisations, il faut aussi s'intéresser à la compacité des ciments.

Le principe de l'étude est toujours le même (pâte lisse) et permet de caler les fonctions compacité propre des différents ciments (tab. 71).

Tableau 70 : demandes en eau (pâte lisse) et compacités des ciments

Ciment	Demande en eau sans fluidifiant	Compacité (ciment floculé)	Demande en eau avec fluidifiant	Compacité (ciment défloculé)
CEM I 42.5 R	0.2037	0.6129	0.160	0.671
CEM II/B-S 42.5	0.2348	0.5787	-	-
CEM III/A 42.5	0.2262	0.5878	-	-

5.3.6. Récapitulatif : Paramètres des fonctions compacité propre

On reprend dans le tableau suivant (tab. 71) les paramètres des équations des « fonctions compacité propre », établies à partir des mesures de volume solide réalisées sur l'ensemble du matériau (valeurs confinées pour les sables et non confinées pour les gravillons) et des demandes en eau – pâte lisse (pour les poudres). Pour ce qui concerne les granulats, il est à noter que la décompaction liée aux effets de paroi n'est sensible que dans le gravillon, pour

les grains de taille supérieure à 2 mm (cf. fig. 92). Dans les sables, la décompaction ne s'exprime (faiblement) que pour les grains de plus grande taille.

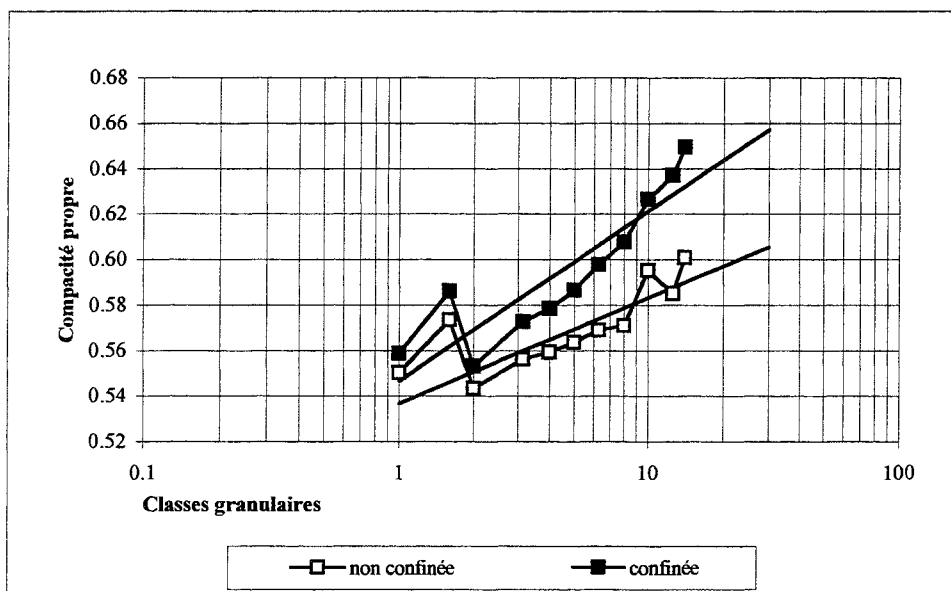


Figure 92 : Effet du confinement sur les compacités propres monodimensionnelles

Les « fonctions compacité propre » qui ont été retenues sont toujours des fonctions linéaires d'équation :

$$\alpha_i = a \log (d_i) + b \quad (5-4)$$

Les paramètres a et b ont parfois été ajustés pour que le modèle retrouve les compacités confinées des matériaux bruts mesurées conjointement aux masses volumiques en vrac (§ 216).

Tableau 71 : Paramètres des fonctions « compacité propre » des différents matériaux. Tableau récapitulatif (compacités floculées, sauf D1-500°C et CEM I 42.5 défloculé)

Matériaux	Paramètres de la fonction "compacité propre"		Compacité calculée	Compacité mesurée confinées
	a	b		
Sable primaire d'Altwies, 0/2				
Fraction [0.4/d]	-0.0045	0.506	0.615	0.598
Fraction [0.08/0.315]	0.087	0.630	0.604	0.604
Fines	0.087	0.630	0.610	0.608
Fraction fine [0/0.315]	0.087	0.630	0.639	
Fraction grenue [0.315/d]	-0.0045	0.506	0.623	
Sa1, 0/d			0.668	0.620
Sable secondaire d'Altwies, 0/4				
Fraction [0.4/d]	-0.0129	0.526	0.633	0.614
Fraction [0.08/0.315]	0	0.563	0.619	0.621
Fines	0	0.563	0.621	0.624
Fraction fine [0/0.400]	0	0.563	0.709	
Fraction grenue [0.400/d]	-0.0129	0.526	0.633	
Sable Sa2, 0/d			0.762	0.697
Sable de Brouch, 0/2				
Fraction [0.4/d]	0.0343	0.541	0.622	0.602
Fraction [0.08/0.315]	0.023	0.570	0.622	0.624
Fines	0.023	0.570	0.617	0.613
Fraction fine [0/0.400]	0.023	0.570	0.646	
Fraction grenue [0.400/d]	0.0343	0.541	0.622	
SableSb, 0/d			0.665	0.631
Sable de Moselle 0/5				
Sm, 0/d	0.041	0.600	0.694	0.692
Grès d'Altwies, 8/20 n°3				
Ga, d/D	0.074	0.546	0.707	0.685
Kieselguhr D1 – 500°C				
	0.08	0.465	0.409	0.410
Ciment CEM I 42.5				
floculé	0	0.56	0.613	0.613
Ciment CEM I 42.5				
défloculé	0	0.5	0.678	0.671
Ciment CEM III 42.5				
floculé	0	0.52	0.586	0.588

En italique, fractions intermédiaires ayant permis de caler le modèle

En caractères fins, fractions retenues pour le modèle

En caractères gras, compacité du matériau en tenant éventuellement compte des proportions des fractions

On remarque que les compacités calculées sont systématiquement plus élevées que les compacités mesurées.

Pour les sables de roche (Sa1, Sa2 et Sb), cela tient aux mesures qui ont été effectuées sur des matériaux secs riches en fines particules. Toutefois, l'adjonction d'une quantité d'eau à peine supérieure au volume des vides a permis de mesurer une compacité très proche de celle calculée. Cette eau « lubrifie » en quelque sorte les particules, notamment les plus fines, (cf. § « Cas des mélanges comprenant des fines et des plus gros grains »).

Pour le gravillon, le modèle a été calé à partir des mesures de volumes solides non confinés. Il calcule donc une compacité plus élevée (car non confinée) que celle (confinée) déterminée à partir de mesures expérimentales.

Les fonctions compacité propre étant calées pour les différents matériaux susceptibles d'être incorporés dans le béton, il est dorénavant possible de trouver avec le modèle de suspension solide l'optimum de compacité des mélanges.

5.4. OPTIMUM DES MELANGES ET FORMULES THEORIQUES

La recherche des formules théoriques de bétons s'articule en trois étapes qui sont le choix du meilleur mélange granulaire avec le MSS, une première évaluation des propriétés des bétons frais avec Bétonlab.pro et finalement une estimation des effets de l'incorporation des kieselguhrs sur la compacité des mélanges granulaires.

5.4.1. Choix des mélanges granulaires avec le modèle de suspension solide

Pour trouver les optimums granulaires théoriques des formules de bétons, on s'inspire de la première étape du schéma expérimental de Baron-Lesage (Baron et al., 1976). Le chapitre suivant (chapitre 6), consacré à l'étude expérimentale des bétons, reprendra une démarche quasiment identique susceptible de confronter la théorie à la réalité.

Dans le cas présent, l'optimisation granulaire théorique peut alors se décomposer en trois étapes qui consistent à optimiser successivement le mélange granulaire des deux sables, le mélange granulaire de chacun des sables avec le gravillon, et enfin le mélange sable optimisé – gravillons.

Concrètement, ces simulations ont donc consisté à rechercher les proportions optimales des mélanges :

- des sables :
 - de Moselle et de Brouch,
 - de Moselle et d'Altwies primaire,
 - de Moselle et d'Altwies secondaire.
- du gravillon Ga 8/20 n°1 avec :
 - sable de Brouch (Sb),
 - sable primaire d'Altwies (Sa 1),
 - sable secondaire d'Altwies (Sa 2),
 - sable de Moselle (Sm),
- du gravillon Ga 8/20 n°1 avec le mélange optimisé des sables

5.4.1.1 – Principe et conditions des simulations

Dans toutes les simulations des mélanges, la recherche de l'optimum de compacité consiste simplement à moduler le rapport volumique « s/g » (s étant les proportions d'un seul sable ou celles du mélange optimisé de deux sables), chaque sable s étant constitué des ses fines f et de

sa fraction grenue s' . Il a été tenu compte d'un dosage en ciment « défloculé » de 350 kg/m³. Pour garder des dosages volumiques au m³, les proportions de chaque constituant ont été déduites d'un coefficient « γ » (volume de solide ramené au m³ de béton) pris égal en première approximation à 0.825. On verra d'ailleurs que les compacités granulaires maximales avoisinent cette valeur.

Le calcul des dosages des constituants au mètre cube de béton s'effectue donc ainsi :

γ représente 100% des volumes solides

c : volume de ciment (dosage constant de 350 kg/m³, soit 13.69% du volume solide)

s+g : volume de sable(s) et de gravillon (complément, à 100%, soit 86.31% du volume solide)

Le rapport « s/g », et éventuellement les proportions de l'optimum du mélange des sables permettent enfin de définir :

f : fraction(s) fine(s) du (des) sable(s)

s' : fraction(s) grenue(s) du(des) sable(s)

g : gravillon d'Altwies 8/20 n°2

A titre d'exemple, on reproduit ci-après (tab. 72) les résultats de simulations itératives destinées à rechercher l'optimum du mélange granulaire sec d'un béton.

Tableau 72 : Exemple de simulation pour la formulation théorique du mélange granulaire sec d'un béton incorporant le sable de Brouch (Sb), le gravillon d'Altwies (Ga) et 350 kg de CEM III.

Calculs de départ						Entrées				Sortie
C	pc	γ	s+g	s/g	s	c	f	s'	g	Compacité
350	3.10	0.825	86.31	0.70	35.54	13.69	29.74	5.80	50.77	0.8043
				0.80	38.36		32.10	6.26	47.95	0.7996
				0.60	32.37		27.08	5.29	53.95	0.8092
				0.50	28.77		24.07	4.70	57.54	0.8133
				0.40	24.66		20.63	4.03	61.65	0.8155
				0.30	19.92		16.67	3.25	66.40	0.8131
				0.35	22.38		18.72	3.65	63.94	0.8152
				0.45	26.79		22.41	4.37	59.53	0.8147
				0.37	23.31		19.50	3.81	63.00	0.8154
				0.41	25.10		21.00	4.10	61.22	0.8155
				0.39	24.22	13.69	20.26	3.95	62.10	0.8156

Dans ce cas le mélange optimisé présente un rapport « s/g » de 0.39. La compacité correspondante est de 81.56%.

La recherche des proportions optimales a été faite sur la base d'une viscosité relative de 136000 qui correspond à un empilement sec aléatoire bloqué. Lorsque cet optimum est trouvé, une deuxième phase consiste à rechercher la compacité du même mélange, mais pour une viscosité relative plus réaliste de 10000 (cf. tab. 74 et 75) supposée correspondre à un béton coulable (Lecomte et al., 1998). Depuis, cet aspect de la simulation est pris en compte par un paramètre appelé « compactabilité » ou « indice de serrage » que l'on souhaite avoir pour le mélange (De Larrard, 1999).

5.4.1.2 – Formule granulaire optimale du mélange des sables deux à deux

Contrairement au principe précédent, ces simulations ont été faites sans ciment. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant (tab. 73).

Tableau 73 : Optimum des mélanges binaires de sable et compacité.

Formule	sb	sa1	sa2	sm	compacité
1	30			70	0.712
2		37		63	0.719
3			100	0	0.762
4	0		100		0.762
5		0	100		0.762

Seuls les mélanges entre le sable de Moselle, le sable de Brouch ou le sable primaire d'Altwies passent par un optimum de compacité.

Le sable secondaire utilisé seul est le plus compact. L'incorporation d'un autre sable désorganise son empilement.

Rappelons que ce sable est un sous produit du concassage secondaire qui comporte de nombreux fragments de bonne qualité (faciès de grès beige) et une importante quantité de carbonates. Mais, il est produit en faible quantité...

5.4.1.3 - Formule granulaire optimale des bétons à un sable

Les simulations ont été réalisées suivant la méthode décrite en 5411 et permettent d'aboutir aux résultats suivants (tab 74).

Tableau 74 : Proportions granulaires optimales et compacités des bétons avec un seul sable
($\gamma=0.825$; $C=350\text{kg/m}^3$; gravillon Ga8/20 n°2)

Sable	Rapport s/g optimal	Compacité maximale ($\eta_{\text{m}} * 136000$)	Compacité maximale ($\eta_{\text{m}} * 10000$)
Brouch (Sb)	0.39	0.816	0.782
Altwies primaire (Sa1)	0.36	0.809	0.776
Altwies secondaire (Sa2)	0.57	0.818	0.785
Moselle (Sm)	0.57	0.825	0.790

Les formulations de béton effectuées avec un seul sable et le gravillon d'Altwies montrent que le sable secondaire d'Altwies est susceptible d'apporter la même compacité que le sable de Moselle. Le sable de Brouch et le sable primaire d'Altwies ont un comportement comparable. Ils nécessitent une formulation de béton incorporant plus de gravillons (rapport s/g ≈ 0.40) que les sables secondaires d'Altwies ou de Moselle (s/g = 0.57). Leur formulation optimale aboutie à une compacité moindre, et risque d'entraîner une moins bonne résistance finale du béton.

On notera toutefois que les écarts de compacité sont très faibles et qu'en raison des possibles variations des propriétés des granulats, les compacités de ces différents mélanges peuvent quasiment être considérées comme équivalentes.

5.4.1.4 – Formule granulaire optimale des bétons à deux sables

Les proportions optimales des sables mélangés deux à deux ont été conservées pour être associées au granulat Ga 8/20. Les résultats (compacités maximales et proportions optimales) sont reportées dans le tableau suivant (tab. 75).

Tableau 75 : Proportions granulaires optimales et compacités des bétons avec deux sables ($\gamma = 0.825$; $C=350\text{kg/m}^3$; gravillon Ga8/20 n°2)

Sables	Rapport s/g	Compacité maximale 1- ($\eta_{\text{m}} * 136000$)	Compacité maximale 2- ($\eta_{\text{m}} * 10000$)
Brouch (Sb), 70% + Moselle (Sm), 30%	0.52	0.825	0.791
Altwies primaire (Sa1), 37% + Moselle (Sm), 63%	0.53	0.822	0.789
Altwies secondaire (Sa2), 30% + Moselle, 70%	0.61	0.825	0.791

Comparés aux bétons qui n'utilisent que les sables primaires (tab.), on remarque que l'utilisation combinée du sable de Moselle et des sables primaires d'Altwies ou de Brouch permet d'améliorer légèrement la compacité des mélanges. On retrouve alors la compacité optimale d'un béton n'utilisant que du sable de Moselle ($C_1 = 0.825$, ou $C_2 = 0.791$).

On constate également que la substitution partielle du sable de Moselle par le sable secondaire d'Altwies n'influence pas la compacité du béton. Il s'agit d'une solution intéressante dans la mesure où elle permet d'utiliser moins de sable alluvionnaire tout en offrant un débouché supplémentaire au sable de roche.

5.4.1.5 – Choix du mélange destiné à l'élaboration des bétons

Pour choisir les granulats qui seront incorporés dans les bétons, on a recherché le meilleur mélange granulaire en se basant sur les déterminations théoriques des compacités.

Les simulations des bétons formulés avec un seul sable donnent des compacités sensiblement identiques, proche de 0.785. Le sable de Moselle et le sable secondaire d'Altwies permettent d'obtenir des compacités comparables de l'ordre de 0.790 et les sables primaires de roche entraînent des compacités légèrement moindres (compacité de 0.776 obtenue avec le sable primaire d'Altwies). Le facteur déterminant pour retenir une formule de béton avec un sable serait alors le choix d'un rapport s/g conduisant à l'utilisation d'un sable de roche économique, produit en abondance.

Le sable secondaire d'Altwies, qui donne la meilleure compacité, n'est pas disponible en grandes quantités. La formule de béton incorporant le sable de Brouch pourrait être un bon compromis. Mais son rapport s/g optimal de 0.39 risque peut être d'être préjudiciable au matériel (usure accentuée) parce que le mélange est particulièrement riche en gravillons.

Les simulations effectuées sur les bétons formulés avec deux sables donnent, elles aussi, des caractéristiques très proches les unes des autres. Les compacités calculées sont de 0.79 et les rapports s/g oscillent autour d'une valeur de 0.55.

On a finalement choisi de formuler des bétons incorporant deux sables, dont le sable de Moselle, car les compacités théoriques atteignent des valeurs légèrement supérieures à celles des bétons formulés avec un seul sable. Le choix repose donc essentiellement sur des critères économiques. Les sables primaires Sa1 et Sb présentent un optimum du mélange pour une valeur s/g de 0.52 contre 0.61 pour le sable secondaire Sa2.

On a finalement opté pour la formulation de bétons incorporant le sable de Brouch (et le sable de Moselle). Ils permettent d'utiliser une quantité appréciable de gravillon et offre un débouché supplémentaire au sable de Brouch.

Tableau 76 : Mélange granulaire et proportions retenues pour l'élaboration des bétons

	Ga 8/20	Sb	Sm
Proportions volumiques	66%	10%	24%

5.4.2. Propriétés théoriques des mortiers et bétons de grès à l'état frais. Quelques simulations réalisées avec Bétonlab.pro

Le MSS a permis de définir l'optimum de compacité d'un certain nombre de mélanges parmi lesquels on a choisi de retenir le mélange à base de sable de Brouch (cf tab 75).

On a pu disposer ultérieurement d'une version expérimentale du logiciel Bétonlab.pro (Laboratoire Central des Ponts et Chaussées), ce qui a permis de simuler plusieurs propriétés prévisionnelles des **bétons frais**. Les propriétés des bétons durcis n'ont pas été simulées, par manque de données sur les propriétés d'adhérence et d'effet plafond relatives aux granulats gréseux.

Les données de base concernant les matériaux (granulométries, compacités monodimensionnelles virtuelles) sont les mêmes que celles nécessaires au fonctionnement du MSS. Le logiciel restitue les propriétés des formules dont on se fixe le dosage ou calcule la formule optimale d'un béton dont on définit un paramètre à optimiser.

Ne sont présentées ici que les propriétés à l'état frais de quelques formules pour des dosages fixés.

5.4.2.1 - Mélange des sables de Moselle et de Brouch

Les simulations théoriques ont été réalisées dans le cas d'un mortier contenant, par mètre cube, 291 litres d'eau, 400kg de ciment et une proportion relative variable de sables de Moselle et de Brouch. Les propriétés présentées dans le tableau n°77 et les figures 93 à 98, en fonction du rapport $sm/(sm+sb)$, sont les suivantes :

- compacité du squelette (ensemble des granulats et des grains de ciment) ;
- compacité des granulats (ne tient compte que des granulats) ;
- viscosité plastique, en Pa/sec ;
- seuil de cisaillement (Pa) ;
- slump (ou affaissement au cône d'Abrams) en cm ;
- densité du mélange frais.

Tableau 77: Résultats des simulations pour des mortiers à mélanges de sables variables

Proportion Moselle	Sable de	Unité	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Comp. squelette			0.745	0.754	0.762	0.770	0.777	0.783	0.787	0.788	0.786	0.781
Comp. granulat			0.674	0.683	0.691	0.699	0.705	0.709	0.710	0.707	0.700	0.690
Viscosité plastique		Pa.s	205	153	116	90	72	60	53	51	54	64
Seuil de cisaillement		Pa	6221	4294	3126	2392	1918	1610	1415	1305	1267	1301
Slump		cm	0	0	0	0	2.6	7.6	10.7	12.4	13	12.5
Densité			2.08	2.07	2.07	2.07	2.08	2.09	2.10	2.11	2.11	2.10

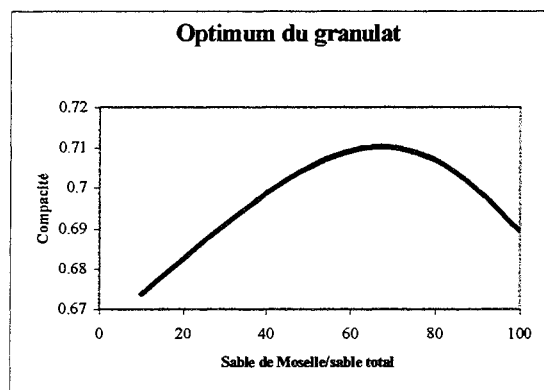


Fig. 93 : Evolution de la compacité du granulat suivant les proportions volumiques du mélange Sm-Sb.

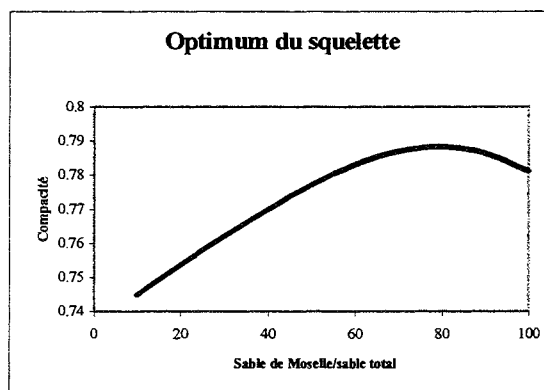


Fig. 94 : Evolution de la compacité du squelette suivant les proportions volumiques du mélange Sm-Sb.

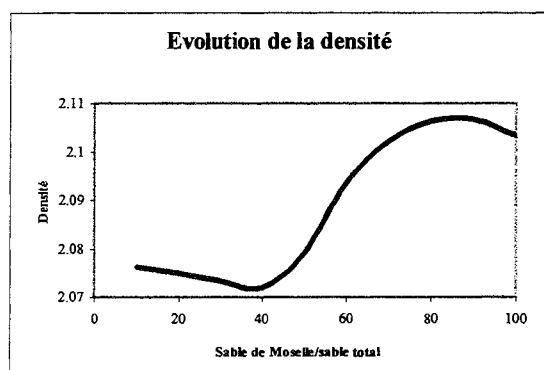


Fig. 95 : Evolution de la densité suivant les proportions volumiques du mélange Sm-Sb.

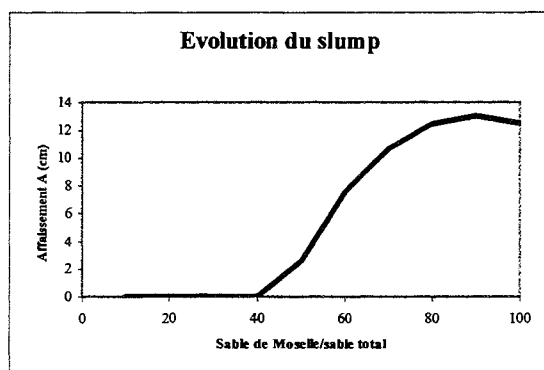


Fig. 96 : Evolution de l'affaissement suivant les proportions volumiques du mélange Sm-Sb.

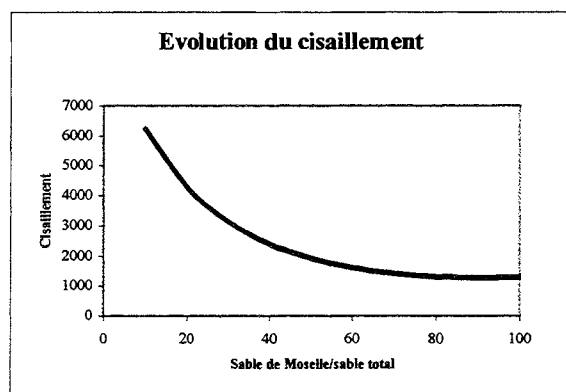


Fig. 97 : Evolution du seuil de cisaillement suivant les proportions volumiques du mélange Sm-Sb.

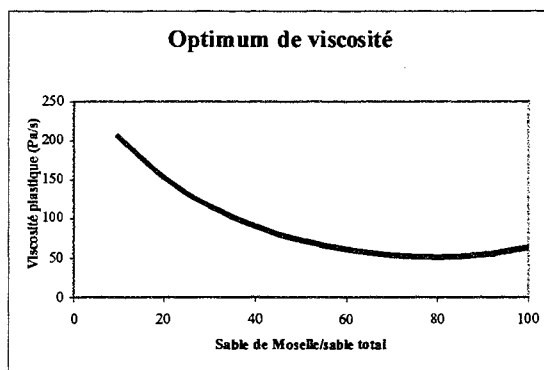


Fig. 98 : Evolution de la viscosité suivant les proportions volumiques du mélange Sm-Sb.

On remarque que la compacité maximale du squelette est atteinte lorsque le sable de Moselle représente 80% du mélange, alors que la compacité maximale du granulat est atteinte avec seulement 70% de sable de Moselle. Cette dernière valeur correspond à celle trouvée précédemment avec le MSS (cf. tab 73). Par ailleurs la différence entre squelette (comprenant le ciment) et le mélange des granulats s'explique par un rejet du sable de Brouch dont le spectre granulométrique des fines recouvre celui du ciment.

L'évolution de la densité se corrèle logiquement avec celle de la compacité du squelette.

La viscosité plastique et le seuil de cisaillement diminuent lorsque la proportion de sable de Moselle augmente, à cause probablement de la diminution de la fraction fine dans le mélange liée au caractère « cru » du sable de Moselle, dépourvu de fines.

Le meilleur affaissement est obtenu pour 90% de sable de Moselle, lorsque le seuil de cisaillement du mélange est minimal.

La prise en compte du ciment dans les mortiers avec Bétonlab.pro amène à choisir un mélange granulaire formé de 80% de sable de Moselle et 20% de sable de Brouch, mélange pour lequel l'ensemble des propriétés à l'état frais sont optimales.

Toutefois l'optimum du mélange granulaire recherché (sans ciment) est bien de 70% de sable de Moselle et 30% de sable de Brouch. Ce sont donc ces valeurs qui ont été retenues pour la suite de l'étude, sachant que pour ces proportions, les propriétés décrites précédemment n'évoluent guère.

Cette solution permet aussi de limiter l'utilisation du sable de Moselle au profit du sable de Brouch.

5.4.2.2 – Mélange de sables de Moselle et de Brouch, et de gravillon d'Altwies

Les simulations théoriques ont été réalisées pour des bétons dosés à 350 kg de ciment (en présence d'un fluidifiant) et de 233 litres d'eau par mètre cube. Le rapport « s/g » est variable, sachant que « s » est composé de 70% de sable de Moselle et 30% de sable de Brouch (paragraphe précédent). Les mêmes propriétés que précédemment ont été étudiées pour ces bétons (état frais). Un autre paramètre a été pris en compte, il s'agit du potentiel de ségrégation. Plus la valeur de ce paramètre est faible, moins le mélange est prédisposé à ségréger. Les différentes valeurs sont reprises dans le tableau suivant (tab. 78) et les figures 99 à 105.

Dans les simulations suivantes, le gravillon utilisé est Ga 8/20n°3.

Tableau 78 : Résultats des simulations pour des bétons à s/g variable

Proportion de gravillon 1)	Unité	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
s/g		9	4	2.33	1.5	1	0.66	0.42	0.25	0.11	0
Comp. squelette		0.790	0.805	0.820	0.832	0.841	0.843	0.833	0.805	0.761	0.715
Comp. granulat		0.728	0.745	0.736	0.781	0.795	0.795	0.765	0.716	0.666	0.621
Viscosité plastique	Pa.s	359	221	141	98	76	71	94	224	959	5305
Seuil de cisaillement	Pa	9663	4830	2788	1875	1431	1247	1328	1966	6543	895377
Slump	cm	0	0	0	3.8	10.7	13.6	12.2	1.8	0	0
Densité		2.15	2.16	2.17	2.18	2.20	2.21	2.21	2.20	2.19	2.18
Indice de ségrégation		0.831	0.833	0.836	0.812	0.829	0.844	0.868	0.896	0.926	0.992

⁽¹⁾ Proportion volumique de gravillon exprimée par rapport au volume de granulat : $g/(s+g)$

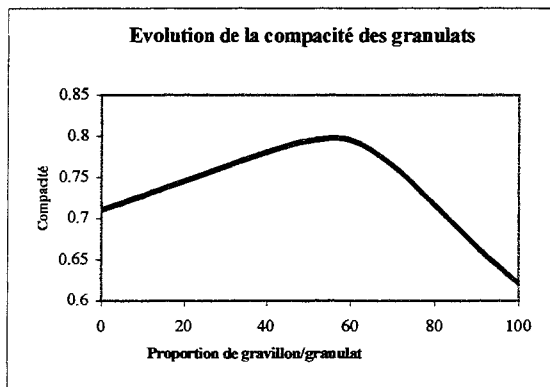


Fig. 99 : Evolution de la compacité des granulats suivant les proportions volumiques des gravillons

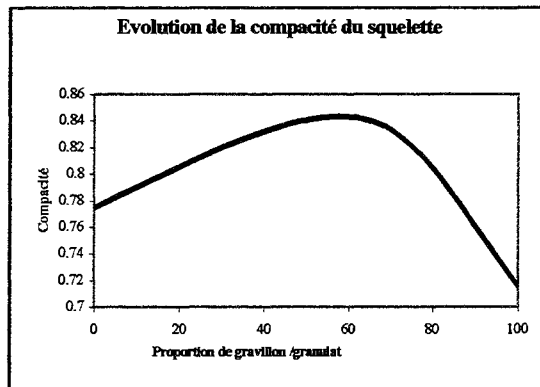


Fig. 100 : Evolution de la compacité du squelette suivant les proportions volumiques des gravillons

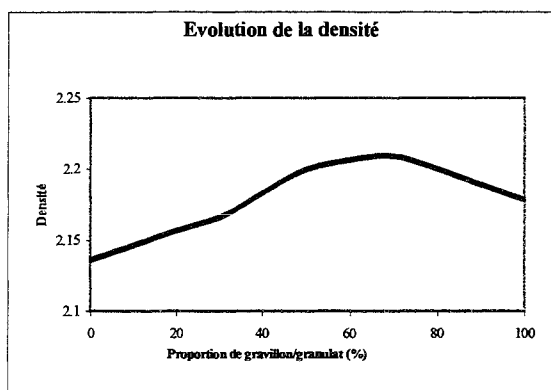


Fig. 101 : Evolution de la densité suivant les proportions volumiques des gravillons

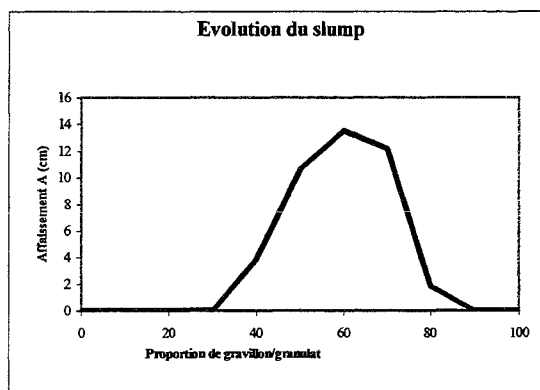


Fig. 102 : Evolution du slump (affaissement) suivant les proportions volumiques des gravillons

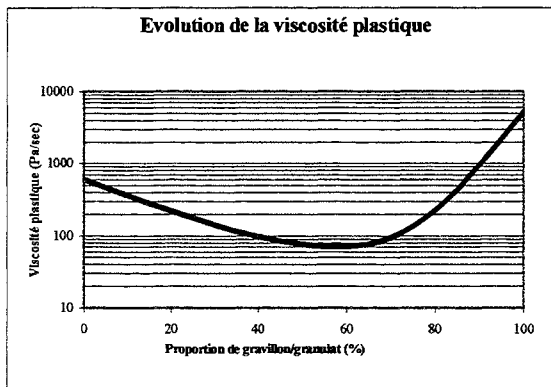


Fig. 103 : Evolution de la viscosité plastique suivant les proportions volumiques des gravillons

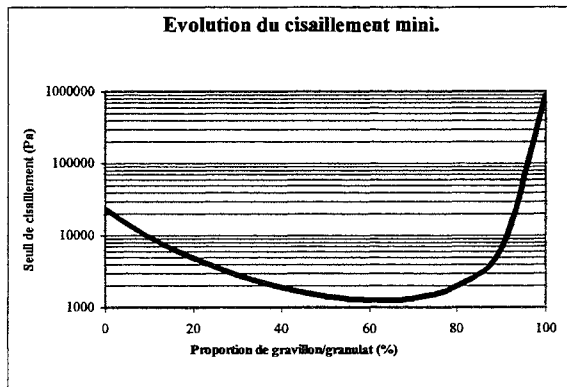


Fig. 104 : Evolution du seuil de cisaillement suivant les proportions volumiques des gravillons

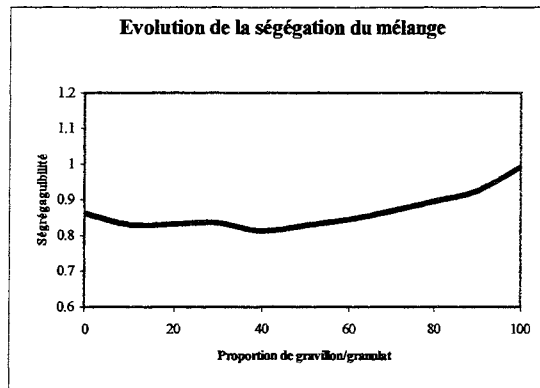


Fig. 105 : Evolution du potentiel de ségrégation suivant les proportions volumiques des gravillons

Comme pour les simulations précédentes réalisées sur les mortiers, il existe un léger décalage entre l'optimum du mélange des granulats et celui du squelette. Le premier est obtenu pour une proportion de gravillon de 0.55 (soit un rapport « s/g » de 0.8) et le second pour une proportion de 0.60 (soit un rapport « s/g » de 0.66).

Les simulations avec le MSS ont été faites avec le gravillon Ga 8/20 n°1, tandis que celles ci sont réalisées avec la nouvelle production Ga 8/20 n°3. On constate que le changement de mode de concassage des gravillons modifie les proportions optimales du squelette granulaire puisque s/g passe de 0.52 (avec le MSS) à 0.66 avec Bétonlab.pro. Par contre, il permet d'atteindre le but recherché en améliorant la compacité du mélange puisque celle-ci passe de 0.791 avec Ga8/20 n°1 à 0.843 avec Ga8/20 n°3 (pour un affaissement de l'ordre de 12 cm).

La densité est maximale pour une proportion de gravillon proche de 70%. Le décalage qui existe avec les optima des mélanges granulaires s'explique par le fait que la densité ne dépend pas uniquement des volumes des vides, mais aussi des densités réelles des matériaux (2.6 pour les sables, 2.4 pour le gravillon).

Le seuil de cisaillement et la viscosité plastique évoluent très fortement et présentent un net minimum pour des proportions de gravillon proches de 60%, c'est à dire globalement pour l'optimum du mélange granulaire. Cette valeur coïncide logiquement avec la valeur maximale de l'affaissement.

L'indice de ségrégation augmente lorsque la proportion de gravillon est importante et se retrouve à des valeurs minimales pour des proportions de gravillon comprises entre 40 et 60%. Toutefois, compte tenu de la valeur de l'indice, les mélanges seront peu disposés à la ségrégation.

Le squelette granulaire défini avec le MSS et Bétonlab.pro aboutissent donc à des mélanges concordants en proportions (ce qui est normal vu qu'ils sont basés tous deux sur le même algorithme).

D'après les données précédentes, le rapport s/g optimal se situe entre 0.8 et 0.66 (soit 55 à 60% de gravillons par rapport au volume des granulats), pour la formulation d'un béton incorporant le gravillon d'Altwies 8/20 n°3 et un mélange de sables de Moselle et de Brouch (dans des proportions respectives de 70 et 30%).

5.4.3. Influence de l'incorporation des kieselguhrs

Le squelette granulaire étant défini, on a cherché à simuler les effets, au niveau de la compacité, de l'incorporation des kieselguhrs dans les bétons.

On utilise pour cela le MSS, dans des conditions identiques à celles qui ont permis d'optimiser les mélanges et qui ont été préalablement définies (cf. § 541). Le dosage en ciment CEM III est donc toujours de 350kg/m^3 et γ est de 0.825.

On a envisagé deux cas de figure pour nos simulations :

- A partir du squelette optimisé ($s/g = 0.52$) qui demeure inchangé, on incorpore les kieselguhrs en substitution des deux sables. Le volume de kieselguhrs ajouté remplace un volume identique de sables.

- A partir du squelette optimisé (s/g de 0.52 toujours inchangé), on incorpore les kieselguhrs en substitution de la fraction fine ($0 - 400\mu\text{m}$) du sable Brouch. Cette simulation théorique d'une substitution des éléments fins « conventionnels » par les kieselguhrs, a uniquement pour but d'évaluer les effets au niveau de la compacité du mélange.

On a simulé les dosages de kieselguhrs qui ont été réellement réalisés dans le contexte expérimental, c'est à dire 5%, 10%, 15% et 25%. Les dosages sont exprimés en volume par rapport au volume de ciment.

Les résultats des deux cas de figure précédents sont présentés dans la figure suivante (fig. 106).

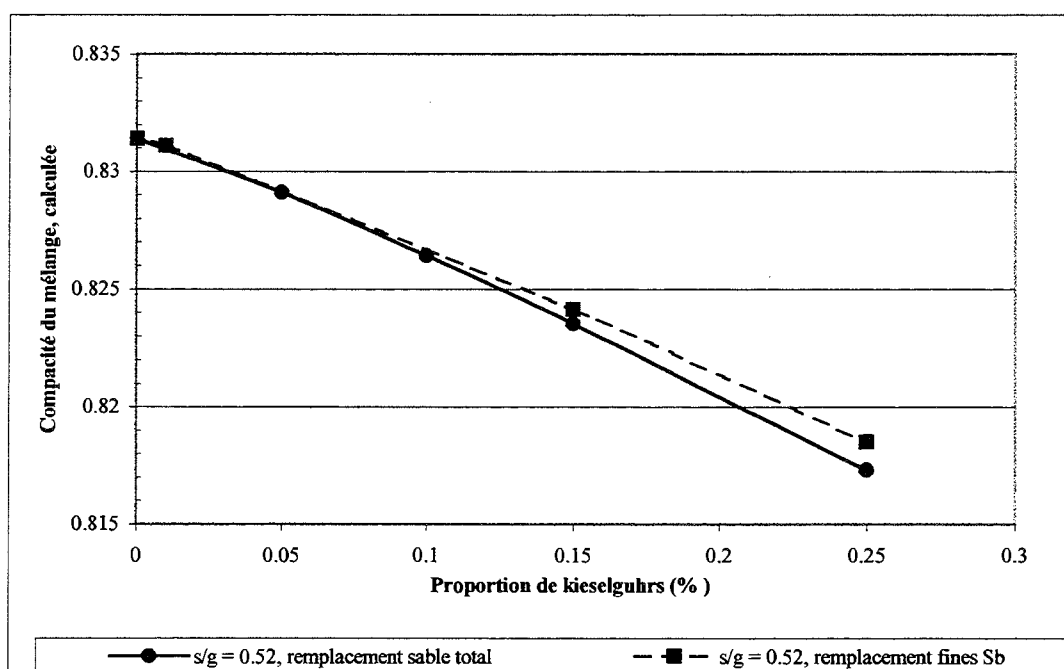


Figure 106 : Effets de l'incorporation des kieselguhrs sur la compacité du squelette granulaire sec du béton optimisé.

Les résultats sont globalement identiques dans les deux cas. L'adjonction de kieselguhrs dans le mélange granulaire sec des bétons fait baisser la compacité. Celle-ci baisse toutefois un peu moins (0.014 au lieu de 0.015) lorsque les kieselguhrs se substituent à des éléments fins du mélange optimisé.

Ceci est du à la très faible compacité générale du produit ($C=0.41$) qui décompacte systématiquement les mélanges dans lesquels il est incorporé.

Pour un dosage de 25% de kieselguhrs (soit 28 litres ou 36 kg de kieselguhrs pour un dosage en ciment de 350 kg/m^3), la perte générale de compacité (0.015) reste cependant modérée.

5.4.4 - Influence du changement de gravillon

Comme on l'a vu au cours de l'étude des granulats (chapitre 1), les expérimentations ont été menées avec plusieurs productions de gravillon d'Altwies.

La comparaison des résultats obtenus avec le MSS et Bétonlab.pro ont montré que le passage du Ga 8/20 n°1 à Ga 8/20 n°3, améliore la compacité mais ne modifie pas les proportions optimales du mélange granulaire.

On a cherché à savoir si les deux productions de gravillons d'Altwies (Ga 8/20 n°3 et 4) ont une influence sur la compacité du mélange. De nouvelles simulations ont été réalisées dans les conditions habituelles, mais en utilisant les courbes granulométriques et les « fonctions compacité » des gravillons Ga 8/20 n°3 et 4.

Les résultats sont reportés dans la figure suivante (fig. 107).

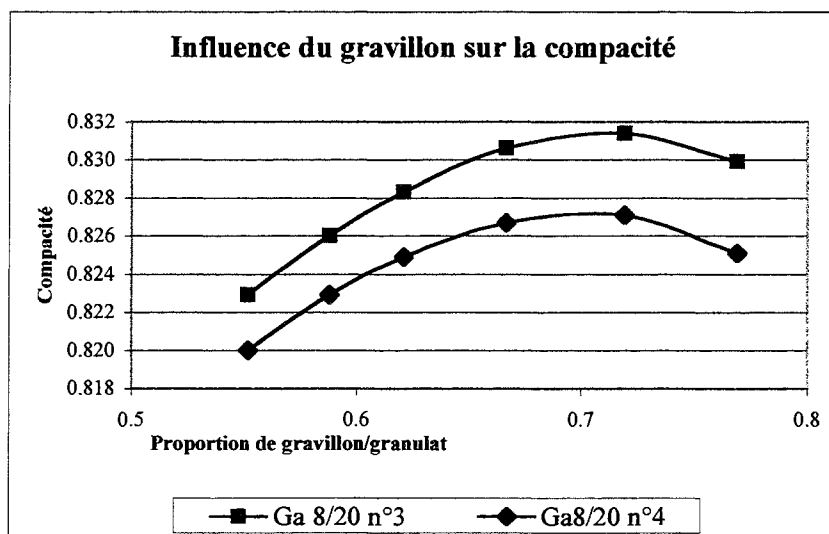


Fig. 107 : Compacités des bétons en fonction du gravillon et de la proportion de gravillon

Comparativement à Ga 8/20 n°3, la compacité des mélanges incorporant le gravillon Ga 8/20 n°4 est légèrement, mais systématiquement plus faible. Cependant, l'optimum de compacité demeure inchangé, aux alentours de 70% de gravillon et 30 % de sable de Moselle et de sable de Brouch.

5.5. CONCLUSION

Après avoir rappelé les spécifications de la norme BPE française P 18-305, et les besoins des partenaires industriels, on a fixé le cadre dans lesquelles les formulations devront être faites. De la norme, on retient le dosage maximal d'additions réactives autorisé, à savoir 10% de la masse de ciment (dans le cas des fumées de silice et fillers siliceux). Pour ce qui est des autres paramètres, on cherche à s'approcher des formules moyennes d'un B25 et un B35 courants fabriqués à la centrale à bétons.

Les formulations théoriques reposent essentiellement sur l'utilisation d'un modèle théorique: «le modèle de suspension solide» ou MSS. Il nécessite non seulement la connaissance de la granularité de chaque matériau, mais aussi les valeurs des compacités monodimensionnelles de chacune de ses tranches. Ce modèle, calé sur la compacité propre de chaque matériau, permet d'obtenir la compacité de leur mélange dans différentes proportions. Il a permis d'établir les proportions des mélanges de sable et gravillons nécessaires pour obtenir la plus forte compacité, dont dépendent les performances finales des bétons. On a également utilisé le logiciel Bétonlab.pro qui permet de décrire et/ ou d'optimiser les propriétés des bétons frais et durcis.

Les mesures préliminaires des valeurs des compacités monodimensionnelles destinées au fonctionnement du MSS ont permis de démontrer l'existence d'un lien entre la morphologie et les propriétés de surface des grains, et leur compacité propre.

L'utilisation du MSS a ensuite permis de faire une présélection des mélanges possibles avec les différents granulats à notre disposition, et d'en choisir un en particulier.

Les simulations réalisées sur les bétons à un seul sable montrent que le sable secondaire d'Altwies et le sable de Moselle permettent d'atteindre une compacité théorique légèrement supérieure ($C=0.781$) aux sables primaires de Brouch et d'Altwies ($C=0.788$). Ces valeurs indiquent également (comparées aux bétons à deux sables) qu'il est certainement possible d'obtenir des bétons de compacité équivalente uniquement avec du sable de roche et des gravillons d'Altwies.

On constate que le sable secondaire se décompacte à partir du moment où il est mélangé avec un autre sable. Les simulations faites sur les bétons à deux sables indiquent qu'ils ont la même compacité (C comprise entre 0.789 et 0.791) et qu'elle est très légèrement supérieure à celle des béton à un seul sable.

On retient finalement la formulation d'un béton à deux sables, le choix du sable étant effectué pour des raisons économiques. Les sables de Brouch et d'Altwies (secondaire) donnent les meilleures compacités, en revanche seul le sable de Brouch est disponible en quantité suffisante. Le mélange optimal retenu est donc un béton avec le sable de Brouch (10%), le sable de Moselle (24%) et le gravillon 8/20 d'Altwies (66%), soit un rapport s/g de 0.52.

Les simulations réalisées sur le précédent mélange aboutissent au même optimum pour ce qui est du mélange des sables, mais concluent à un rapport s/g un peu différent (0.66). Cette différence tient au fait que ces simulations ont été réalisées avec Ga 8/20 n°3 alors que les précédentes avaient été réalisées avec Ga 8/20 n°1.

Par contre d'autres simulations complémentaires ont montré que le passage de Ga 8/20 n°3 à Ga 8/20 n°4 n'occasionne pas de changement d'optimum. Ces deux productions de gravillons sont en effet issues du même mode de concassage sélectif (cf. §22).

Des simulations ont finalement permis d'appréhender l'action d'un kieselguhr sur les bétons et ont montré qu'en raison de sa faible compacité, l'incorporation décompacte systématiquement les mélanges.

6. ETUDE EXPERIMENTALE ET PROPRIETES DES BETONS DE KIESELGUHRS

Il existe différentes approches pour formuler un béton parmi lesquelles on peut distinguer des méthodes qui se réfèrent à une courbe granulaire de référence (Bolomey, Dreux-Gorisse) et celles purement expérimentales (Valette, Baron-Lesage). C'est le schéma expérimental de la méthode Baron-Lesage que l'on a choisi d'utiliser.

La méthode Baron-Lesage (Baron & Lesage, 1976) repose sur la mesure du temps d'écoulement de gâchées expérimentales avec le maniabilimètre à bétons LCL. Elle comporte trois étapes qui sont :

1 – recherche du rapport s/g optimal (s et g sont respectivement les volumes de sable et de gravier). Différents rapports s/g sont testés avec des dosages en ciment, en eau et s+g constants. La gâchée la plus fluide (temps d'écoulement le plus court) correspond à l'optimum de compacité du mélange granulaire (quels que soient C et E) qui est alors gardé constant.

2 – recherche du rapport C/E (C et E sont les masses respectives de ciment et d'eau). Trois valeurs, au moins, de C sont fixées et pour chacune d'entre elles, différentes gâchées sont réalisées en faisant varier la quantité d'eau de gâchage de façon à encadrer la maniabilité de référence.

3 – résistances mécaniques. Au bout de 28 jours, les essais de résistance mécanique sont effectués.

A partir de ces valeurs, il est finalement possible de choisir la formule qui répond le mieux aux critères de consistance et de résistance que l'on a fixé dans le cahier des charges.

6.1. METHODE

6.1.1. Schéma expérimental

L'étude expérimentale des bétons a pour but de vérifier et compléter les prévisions avancées par le modèle. Elle s'articule autour de trois grandes phases distinctes, l'optimisation du squelette granulaire, l'obtention de deux formules optimales de bétons de grès sans kieselguhr et l'étude des effets de l'adjonction des kieselguhrs sur ces deux formules.

Le principe de la recherche des optimums est proche de celui déjà utilisé dans le cadre des formulations théorique précédentes (cf. chapitre 5). Pour y parvenir, on va d'abord réaliser une série de mortiers en faisant varier le rapport volumique «sable de Moselle/sable de Brouch» (S_m/S_b). L'analyse de l'évolution des diverses propriétés de ces mortiers à l'état frais et à l'état durci permettra de définir. Les proportions optimales des sables qui seront alors gardées constantes dans le mélange. Ensuite, des gâchées de béton seront réalisées en faisant varier le rapport «sable/gravier» (s/g). Comme pour l'étude théorique, l'analyse

systématique de diverses propriétés va permettre de dégager un optimum du mélange. Les deux rapports sm/sb et s/g étant alors définis, ils ne seront plus modifiés par la suite, notamment lorsque l'on fait varier les dosages en ciment et en eau. Cette première phase est réalisée avec du CEM III (Ciments Luxembourgeois).

Les performances des bétons varient suivant le dosage en ciment et la quantité d'eau de gâchage, exprimée par rapport au ciment (E/C). Trois séries de bétons différemment dosés en ciment CEM III (280, 330 et 380 kg/m³) seront réalisées, en faisant varier pour chacune d'elle la quantité d'eau. Les différentes gâchées ainsi obtenues possèdent des propriétés différentes, tant à l'état frais qu'à l'état durci et doivent permettre d'établir des abaques de formulation susceptibles de relier l'affaissement et la résistance à la compression de la formule. Il est possible d'en extraire deux formules de béton de grès sans kieselguhr (un B25 et un B35) qui serviront de référence dans l'étape suivante.

A partir des deux formules précédemment définies, on va réaliser deux séries de bétons qui incorporeront des proportions croissantes de kieselguhrs recyclés (chapitre III). Il est ainsi possible d'étudier les conséquences de l'adjonction de kieselguhrs sur l'ouvrabilité et la résistance des mélanges hydrauliques. Ces deux séries de bétons seront réalisées l'une et l'autre avec le ciment CEM III et le ciment CEM I des Ciments Luxembourgeois pour apprécier l'influence de la nature du ciment.

6.1.2. Fiche expérimentale

Une fiche a été conçue dans le but de calculer les formules expérimentales et limiter les corrections souvent nécessaires (ajustement de la formule au m³) après la confection des gâchées. Un exemple d'une telle fiche est présenté figure 108.

6.1.2.1 - Formulation de la gâchée expérimentale

Cette fiche, élaborée sous le logiciel Excel™, nécessite que l'on rentre toutes les données physiques concernant les constituants et les pourcentages de base pour le béton souhaité.

Pour les constituants (granulats, kieselguhrs, adjuvants), il est nécessaire de connaître la masse volumique réelle (ρ_r), l'absorption (A_b) et la teneur en eau (w) au moment de la fabrication du béton. Ces différentes propriétés ont été présentées et mesurées au cours de l'étude des matériaux (chapitres 2 et 4).

Pour formuler le béton, il y a la possibilité de faire varier les paramètres suivants :

s/g :	le rapport volumique du sable et des gravillons.
$s+g$:	le volume total du sable et des gravillons.
sb/S_{tot} :	la proportion volumique de sable de Brouch dans la fraction de sable.
C :	la masse de ciment désirée.
E/C :	le rapport massique de <u>l'eau efficace</u> sur le ciment.
D/C :	le rapport massique des kieselguhrs par rapport au ciment.
A/C :	le rapport massique de l'adjuvant par rapport au ciment.

Air entraîné le volume d'air prévisionnel qui sera pris en compte pour le calcul théorique, ramené au m³, de la formule de béton expérimental¹.
V_{exp} : le volume de la gâchée expérimentale

A partir de la série de données précédentes, on calcule les volumes respectifs de sable («s») et de graviers («g»).

d'où :

$$g = \frac{s + g}{1 + s/g} \quad (6-1)$$

Connaissant (s+g) et g, on en déduit simplement s.

Connaissant le volume «s», et le rapport sb/s_{tot}, on en déduit les volumes respectifs de sable de Brouch et de sable de Moselle.

Les masses d'eau efficace, de kieselguhrs et d'adjuvant sont également calculées à partir des rapports précédents et de la masse de ciment souhaitée.

Pour chacun des constituants, la masse ou le volume est connu. En utilisant les masses volumiques réelles (pr), il est donc possible d'établir les formules générales (notées 1 sur la fig. 108) en masses sèches (Ms) et en volume réel (V).

Il faut ensuite faire un bilan de l'eau apportée et absorbée par les différents constituants du béton, pour connaître le volume d'eau à incorporer réellement dans la gâchée (eau de gâchage).

Pour chaque constituant, on effectue les calculs suivants pour obtenir les résultats en litres.

$$\text{Eau apportée} = Ms * w \quad (6-2)$$

$$\text{Eau absorbée} = Ms * Ab \quad (6-3)$$

$$\text{Eau restante} = \text{Eau apportée} - \text{Eau absorbée} \quad (6-4)$$

Où : Ms est la masse sèche précédemment calculée (kg),

w est la teneur en eau du constituant,

Ab est l'absorption du constituant,

Eau apportée est l'eau contenue dans et autour des constituants,

Eau absorbée est l'eau telle que définie par l'essai d'absorption,

Eau restante est l'eau apportée par les constituants et qui sera libérée dans la gâchée.

La formule théorique du béton en masse sèche (formulation n°1) peut ensuite être facilement transposée en une formule pratique exprimée en masses humides (notée 2 sur la fig. 108), sachant que pour chaque constituant (exceptée l'eau) :

$$Mh = Ms + \text{Eau apportée} \quad (6-5)$$

¹ Le volume d'air effectif sera mesuré et pris en compte ultérieurement, pour le calcul de la formule effective.

Pour ce qui concerne l'eau de gâchage on applique la formule suivante :

$$\text{Eau de gâchage} = \text{Eau efficace} - \sum \text{Eau restante} \quad (6- 6)$$

On rappelle que l'eau efficace (E_{eff}) est l'eau qui, par définition, se retrouve entre les grains de la gâchée. Il s'agit donc de la quantité d'eau réellement disponible pour assurer la fluidité du mélange et son hydratation (tout du moins à court terme).

Le volume de la formule exprimée en masses humides est le même que celui de la formule en masses sèches. En effet, seul diffère l'eau absorbée, qui par définition se trouve dans les pores des matériaux et n'augmente donc pas le volume. Pour palier aux problèmes ultérieurs de normalisation des formules (cf. § 352 et 355), on ramène directement la formule à 1m^3 (formule notée 3 sur la fig. 108) en faisant une hypothèse prévisionnelle sur le volume probable d'air entraîné.

On obtient directement les nouvelles masses, ramenées pour une gâchée de 1m^3 (formulation n°3), en appliquant la relation suivante aux masses de la formule de béton précédente (formulation n°2), exprimées en masses humides :

$$M_{hn} = (Mh / V_t) \times (1000 - a) \quad (6- 7)$$

où : M_{hn} est la masse humide du constituant, pour une gâchée normalisée de 1m^3 (kg),
 Mh est la masse humide du constituant (kg),
 V_t est le volume de la gâchée initiale (formulation n°1),
 a est l'hypothèse faite sur le volume d'air entraîné lors de la fabrication du béton.

On se base sur la formulation n°3 ajustée au m^3 pour calculer les masses (humides) de la gâchée expérimentale (notée 4 sur la fig. 108) d'un volume désiré, en général 32 litres (comprenant l'air occlus). La relation qui permet de calculer les dosages de la gâchée expérimentale est la suivante :

$$M_{\text{exp}} = Mn \times (V_{\text{exp}} / 1000) \quad (6- 8)$$

où : M_{exp} est la masse du constituant dans la gâchée expérimentale (kg),
 Mn est la masse du constituant issu de la formule ajusté à 1 m^3 (kg),
 V_{exp} est le volume de la gâchée expérimentale comprenant l'air entraîné (l).

6.1.2.2 - Mesures sur le béton frais, calcul des masses volumiques et du volume d'air entraîné

Certaines mesures, comme la masse des éprouvettes fraîches, sont exploitées numériquement pour calculer la masse volumique du béton frais et le volume d'air entraîné.

FORMULATION DE BETONS A BASE DE GRES DU LUXEMBOURG ET DE POUZZOLANES

GACHEE N° BL 47

DATE : 17 février 2000

Données de base :	s/g	1	d'où	s =	322.5 litres
	s+g	645	litres	g =	322.5 litres
	Sb/S _{tot}	0.25			
C	315	Kg			
E/C	0.606	d'où	E _{eff.} =	190.9 Kg	
D/C	0.091	volume réel	D =	28.67 Kg	
A/C	0.0005	extrait sec	A =	0.158 Kg	

Propriétés des matériaux :

	pr	pri	Ab	w
Ciment	3.1	x	x	x
Eau	1	x	x	x
Gravillon Ga8/20	2.392	2.458	0.0275	0.0334
Sable de Brouch	2.627	2.642	0.006	0.0588
Sable de Moselle	2.595	2.612	0.0067	0.0302
Adjuvant BV	1.656	x	x	3.796
Kieselguhrs	1.13	x	0.35	1.9

air entraîné (m3 final) 25 litres

Pour 32 litres de béton

Formule à réaliser pour un béton incluant la quantité d'air finale spécifiée :

	[1] Ms (kg)	[1] V (l)	Eau			[2] Formule Masse h	[3] Formule au m3 correspondante*...	[4] ramenée au volume de la gâchée (kg)
			totale (l)	absorbée (l)	restante (l)			
Ciment	315.0	101.6	x	x	x	315.0	318.94	10.206
Eau	190.9	190.9	x	x	x	115.4	116.82	3.738
Gravillon Ga 8/20	771.4	322.5	25.8	21.2	4.6	797.2	807.15	25.829
Sable de Brouch	211.8	80.6	12.5	1.3	11.2	224.3	227.06	7.266
Sable de Moselle	627.7	241.9	19.0	4.2	14.8	646.6	654.70	20.950
Adjuvant	0.2	0.1	0.6	x	0.6	0.8	0.76	0.024
Kieselguhrs	28.7	25.4	54.5	10.0	44.4	83.1	84.17	2.693
TOTAL :	2145.6	962.97	112.24	36.72	75.51	2182.3	2209.60	70.71

Adjuvant BV

Quantité en litres : 0.022
Pourcentage d'adjuvant par rapport au ciment : 0.24
Extrait sec dans l'adjuvant : 20.85%

* -> pour un béton incluant le volume d'air indiqué

Mesures sur bétons frais :

Etallement Graf	32 cm
Affaissement au cône	4 cm
Maniabilité à 15 minutes	sec.
Maniabilité à 25 minutes	sec.
Maniabilité à 1 heure	sec.

Mesures sur éprouvettes de béton

Réf.	Eprouvette	Masses nettes		Résistances	
		fraîches	durcies	Rc	Rt
	Eprouvette 1	14.886			
	Eprouvette 2	14.889			
	Eprouvette 3	14.823			
	Eprouvette 4	14.773			

Les masses sont données en kg, et les résistances en MPa à 28 jours.

Formule du béton frais ramenée au m3 :

	Mh (kg)	V (l)
Ciment	323.2	104.3
Eau	118.4	118.4
Gravillon Ga 8/20	817.9	332.8
Sable de Brouch	230.1	87.1
Sable de Moselle	663.5	254.0
Adjuvant	0.8	0.5
Kieselguhrs	85.3	75.5
Air entraîné	x	12.0
TOTAL :	2239.1	984.41

Remarque : proche BL 16

0 Rc
0 Rt

Masse volumique théorique : 2266 kg/m3
Masse volumique réelle moyenne : 2239 kg/m3
Volume d'air entraîné par m3 : 12.0 litres

Figure 106 : Fiche expérimentale

La masse volumique théorique $MV_{théo}$, est calculée dans le cas d'une compacité maximale, donc sans prise en compte de l'air entraîné. Elle correspond au rapport de la masse du mètre cube de béton (formulation n°3) sur le volume réel.

$$MV_{théo} = \frac{\Sigma M_{hn}}{1000 - a} \quad (6- 9)$$

où : $MV_{théo}$ est la masse volumique théorique du béton (kg/m^3),
 M_{hn} est la masse du constituant issu de la formule ajusté à $1 m^3$ (kg),
 a est l'hypothèse faite sur le volume d'air entraîné lors de la fabrication du béton (l).

La masse volumique expérimentale est calculée grâce à la relation suivante :

$$MV_{exp} = \frac{\Sigma M_{ép. fr}}{\Sigma V_{ép. fr}} \quad (6- 10)$$

où : MV_{exp} est la masse volumique expérimentale du béton frais (kg/m^3),
 $\Sigma M_{ép. fr}$ est la masse (kg) de béton frais contenue dans les éprouvettes (4 en général)
 $\Sigma V_{ép. fr}$ est le volume total des (4) éprouvettes (m^3)

Les mesures ayant trait à l'ouvrabilité du béton (étalement Graff, affaissement au cône d'Abrams, écoulement au maniabilimètre) sont également regroupées sur la fiche.

6.1.2.3 - Ajustement au m^3 de la formule de béton frais réalisée

Le volume d'air occlus réellement présent dans le béton est simplement déduit de la relation suivante précédemment utilisée pour ramener la formule effective d'une gâchée au mètre cube (cf. 455) :

$$a = 1000 \times \left(1 - \left(MV_{exp} / MV_{théo}\right)\right) \quad (6- 11)$$

Pour ajuster la formule au m^3 , la méthode est identique à celle précédemment employée, mais cette fois-ci le volume d'air occlus dans le béton frais est réellement connu. La formule finale est donnée en masses humides et les volumes correspondants sont calculés à partir des masses volumiques réelles imbibées, à partir d'une relation du type :

$$V = 1000 \times \left[M_{humide} \times \left(1 - (w - Ab)\right) \right] / \rho_{ri} \quad (6- 12)$$

où : V est le volume de matériau (l),
 M_{humide} est la masse volumique déduite de l'ajustement au m^3 (t),
 w est la teneur en eau du matériau (%),
 Ab est l'absorption du granulat (%),
 ρ_{ri} est la masse volumique réelle imbibée du matériau (t/m^3).

Cette méthode suppose que les matériaux ont atteint au moment de la pesée des éprouvettes (plus d'une heure en général) un stade d'imbibition identique à celui défini par les normes P 18-554 et P 18-555.

Cette hypothèse est vraisemblable compte tenu de la porosité ouverte des grès et de leur état hydrique (jamais sec) au moment des essais. Une étude complémentaire a été menée à ce sujet dans le cadre d'une réflexion sur les limites expérimentales de nos essais (cf. §636).

6.1.3. Les essais mis en œuvre

6.1.3.1 - Affaissement au cône d'Abrams [NF P 18-451]

L'essai d'affaissement s'applique aux bétons dont les granulats ont une dimension D inférieure ou égale à 40 mm. Il est destiné à mesurer l'ouvrabilité d'un béton.

Il consiste à mouler de façon définie un béton frais dans un moule tronconique, puis à mesurer son affaissement (en cm) lorsqu'on le démoule en retirant le moule à la verticale, d'un geste lent et régulier.

6.1.3.2 – Mesure de l'étalement sur une table à choc, essai Graf [DIN 1048]

L'essai Graf s'applique aux bétons et est destiné à mesurer indirectement leur consistance.

Comme pour l'essai précédent, il consiste d'abord à mouler puis démouler un volume de béton dans un moule tronconique, disposé sur une table à chocs. Après quinze secousses correspondant à une amplitude normalisée, on mesure l'étalement moyen du béton sur la table dans deux directions perpendiculaires.

La correspondance entre les valeurs de ces deux essais, le premier étant pratiqué en France et le second au Luxembourg et en Allemagne, a été étudiée de manière statistique. Les différents points de mesure figurent sur la figure suivante (fig. : 108) ainsi que la droite de régression correspondante.

L'équation de cette droite est :

$$A = 0.87G - 24.16 \quad (6-13)$$

ou : A est la valeur de l'affaissement (cm),
G est la valeur de l'essai d'étalement Graf (cm).

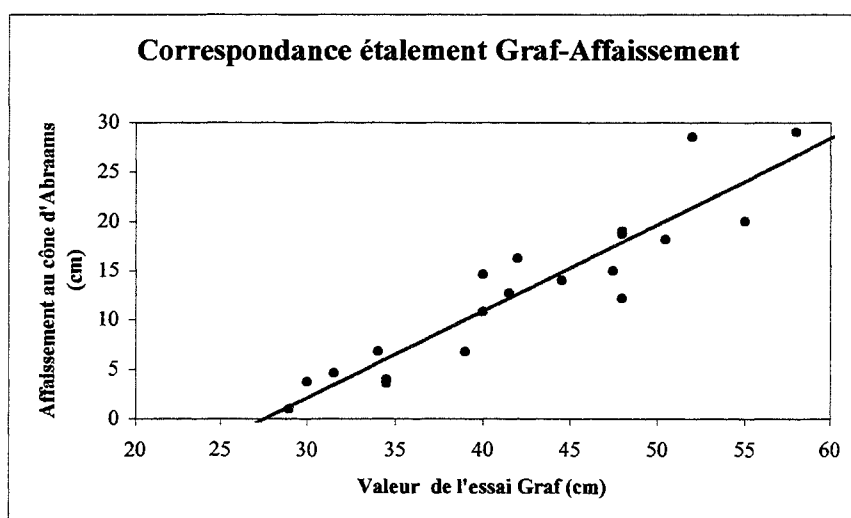


Figure 109 : Relation entre les valeurs de l'affaissement au cône d'Abrams et la valeur de l'essai Graf

6.1.3.3 – Mesure de la maniabilité [NF P 18-452]

La mesure du temps d'écoulement des bétons au maniabilimètre LCL s'applique aux bétons dont les éléments atteignent au maximum une grosseur de 50 mm. Comme les deux essais précédents, il sert à quantifier l'ouvrabilité des bétons (et des mortiers avec l'emploi d'un appareil identique, de plus petite taille).

Il consiste à mesurer un temps d'écoulement dans un couloir vibrant, sous l'action d'une sollicitation donnée.

6.1.3.4 – Essai de résistance en compression

Les éprouvettes ont été cassées en compression sur des **boîtes à sable**, pour appliquer une contrainte la plus uniforme possible et perpendiculaire à la génératrice de l'éprouvette tout en évitant le phénomène de frettage. Les boîtes sont deux coupelles en acier disposées aux extrémités de l'éprouvette (et rigoureusement perpendiculaires à l'axe de l'éprouvette). Elles sont remplies sur environ 5mm de sable de Moselle 0-1mm et leur diamètre interne est légèrement supérieur à celui des éprouvettes. Le maintien de la coupelle remplie de sable sur l'éprouvette est assuré par un joint de soufre durci (mais initialement fondu), après que l'éprouvette ait été soigneusement bloquée dans le sable, perpendiculairement à la coupelle.

Ce mode opératoire est simple et d'une mise en œuvre relativement rapide. Par rapport à d'autres moyens de surfaçage classique, il permet surtout d'obtenir des résultats présentant une très faible dispersion. En effet, le simple surfaçage des éprouvettes au soufre ne permet généralement pas d'éliminer certains phénomènes parasites comme le frettage.

Comparé à un moyen classique de surfaçage au soufre, cette méthode permet d'avoir une faible dispersion des résultats. La dispersion peut s'exprimer par l'écart type « σ » et le coefficient de variation « v ».

L'écart-type est exprimé par la relation suivante :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=n} (R_i - R)^2}{n-1}} \quad (6-14)$$

où : R_i sont les valeurs observées,
 R est la moyenne arithmétique des valeurs R_i ,
 n est le nombre de valeurs.

Le coefficient de variation, exprimé en pourcentage, s'exprime à son tour suivant la relation :

$$v = \frac{\sigma}{R} \quad (6-15)$$

Les deux grandeurs précédentes ont été calculées sur les séries de trois valeurs de résistance en compression obtenues pour les bétons destinés à l'élaboration des abaques (cf. § 634)

Les valeurs de σ et v sont les suivantes (tab.79) :

Tab. 79 : Ecart-type σ , et coefficient de variation v , obtenus sur les valeurs de résistance en compression des bétons

σ moyen : 0.517	σ mini : 0.004 σ maxi : 1.291
v moyen : 1.218	v mini : 0.01 v maxi : 3.40

6.1.3.5 – Essai de résistance en traction [NF P 18-408] – essai brésilien

La méthode employée est la mesure classique de la résistance des éprouvettes au fendage. Elle a déjà été employée pour rechercher la résistance en traction par fendage des grès exploités à la carrière d'Altwies (cf. § 2173).

6.2. CONDITIONS EXPERIMENTALES

Afin d'obtenir des résultats comparables, les conditions expérimentales ont été, dans la mesure du possible, maintenues identiques.

6.2.1. Préparation et confection des gâchées

- Dès leur livraison, les granulats ont été conservés en sacs fermés de 25 à 30 kg pour conserver leur humidité naturelle au moment du prélèvement (cf. § 2161). Cependant, la teneur en eau des matériaux est susceptible de varier d'un sac à un autre. Avant la confection d'une série de gâchées, une quantité suffisante de chaque granulat a donc été convenablement homogénéisée par un malaxage à la pelle, puis de nouveau mis en sacs étanches. Une teneur en eau effectuée pour chaque type de granulat est ensuite prise en compte dans le calcul des formules de béton (cf. § 612). Cette façon de procéder permet ainsi d'évaluer correctement la quantité d'eau apportée par les granulats.

Les granulats incorporés dans la série de béton confectionnés pour la mise au point de la formule de béton et la réalisation d'abaque (§ 63) étaient saturés en eau. Les teneurs en eau moyennes sont reprises dans le tableau suivant (tab. 80).

Tableau 80 : Teneurs en eau moyenne des granulats au cours de la première série de bétons (destinés à la mise au point de la formule et des abaques)

Ga 8/20 n°3	Sm	Sb
3.6 %	6.5 %	6 %

- Le malaxage des différentes gâchées a duré 5 minutes dans un malaxeur de laboratoire à arbre vertical de type ELE d'une capacité de 50 litres. La durée de malaxage, un peu longue

par rapport à une installation industrielle, a été choisie de façon à bien disperser les kieselguhrs. Le volume de chaque gâchée a été fixé à 32 litres pour pouvoir remplir le maniabilimètre, puis mouler quatre éprouvettes. Une analyse granulométrique de la fraction supérieure à 0.63 mm a été réalisée après malaxage pour évaluer l'incidence du traitement sur la granularité des matériaux (fig. 110).

La courbe théorique a été calculée à partir des courbes granulométriques des trois granulats (sables de Moselle et de Brouch, gravillon Ga8/20 n°3), en tenant compte des proportions du mélange. La courbe expérimentale a été réalisée à partir d'un échantillon d'environ deux kilogrammes de béton malaxé dans les conditions habituelles puis lavé afin de ne retenir que le refus à 0.63 mm.

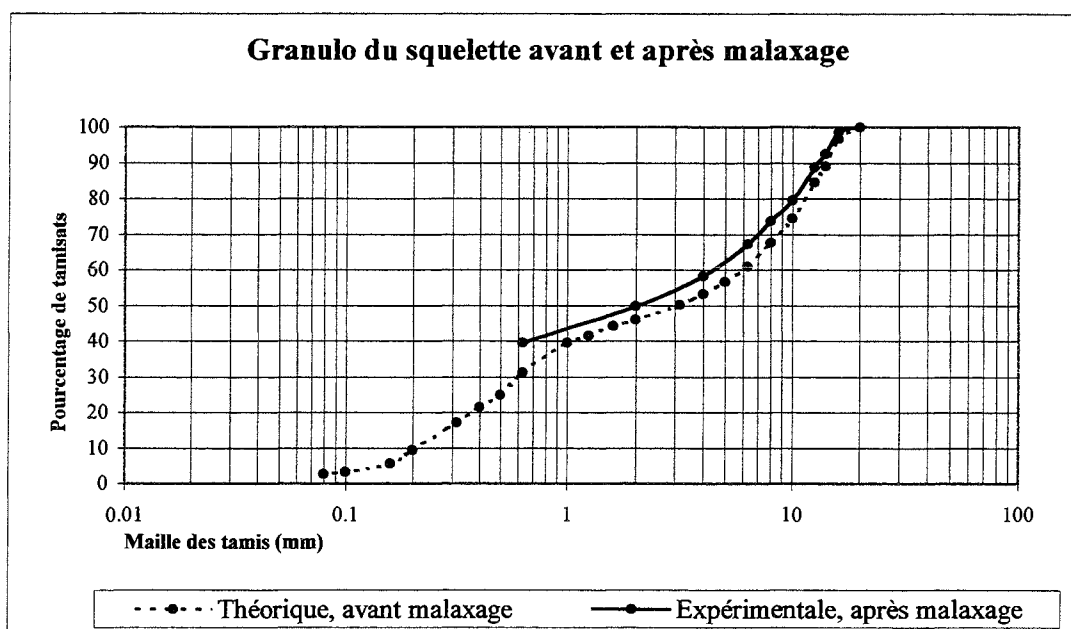


Fig. 110 : Répercussions du malaxage sur la granulométrie du squelette granulaire

La courbe expérimentale est partout supérieure à la courbe théorique et l'écart constaté présente un maximum pour les coupures comprises entre 6.3 et 8mm (écart de 6%) puis augmente de nouveau à partir des coupures inférieures à 2mm (écart de 10%). Il y aurait donc un enrichissement en sable. Curieusement on ne constate pas d'appauvrissement significatif en gros éléments (16 à 20mm) compte tenu du fait qu'ils auraient été usés, voire fragmentés pour enrichir le mélange en éléments plus fins.

En définitive, on retiendra que le malaxage des bétons provoque une certaine attrition des granulats gréseux, et accroît la proportion de sables et de fines dans le mélange. Pour tenir compte de ce phénomène il faudrait, en toute rigueur, augmenter le dosage initial de granulats au détriment de celui des sables.

- Les différents bétons ont été moulés dans des éprouvettes 16*32 cm en carton. Le moulage était effectué en deux couches vibrées successivement avec une aiguille vibrante de 25 mm.

6.2.2. Mode d'incorporation des kieselguhrs dans les bétons

Lors de la fabrication des éprouvettes de mortier (cf. §453), les poudres (perlites et diatomites industrielles neuves) incorporées dans les gâchées, en remplacement d'un volume identique de ciment, étaient sèches. Pour obtenir un mortier de consistance comparable à celle du mortier témoin (mortier normal sans poudre), il fallait donc augmenter la quantité d'eau de gâchage pour compenser l'eau absorbée par les poudres.

Dans la perspective d'une incorporation industrielle des kieselguhrs dans des bétons, mais aussi pour palier aux problèmes d'absorption et de degré de saturation en eau de ces poudres (cf. § 6414 et 642), on a opté pour une méthode différente.

La vingtaine de kilogrammes de kieselguhr D2-500°C destinée aux essais (cf. § 34) a été mélangée avec de l'eau pour former une pâte très fluide. Le but était de saturer préalablement en eau les particules de kieselguhr et de former un coulis facilement incorporable dans la gâchée. On élimine par la même occasion le problème de la très grande dispersion de la poudre dans l'air (et le danger que représente l'inhalation).

La quantité d'eau mélangée avec le kieselguhr a été bien supérieure à celle requise pour satisfaire l'absorption des particules (absorption de 35% environ, cf. § 434) puisque la teneur en eau finale est de l'ordre de 190%.

Le coulis a été conservé dans un fut hermétique, en plastique, pour éviter une diminution progressive de la teneur en eau. Pour assurer une homogénéité constante du produit, il est nécessaire, avant chaque prélèvement de kieselguhr, de mélanger le coulis (dans notre cas expérimental avec un mélangeur à peinture monté sur une perceuse).

Les kieselguhrs sont donc incorporés sous forme d'un coulis, et la connaissance précise de la teneur en eau du mélange et de l'absorption des poudres permet de calculer la masse sèche de poudre effectivement incorporée. Le dosage du coulis s'effectue par une pesée de la quantité nécessaire de produit.

Dans un contexte industriel on peut envisager de remuer lentement et en permanence le coulis avec un système de pales rotatives, semblable au matériel employé dans les brasseries pour préparer les kieselguhrs avant leur injection dans la bière (cf. § 314).

6.2.3. Mesures effectuées sur les mélanges frais

Lorsque des mesures de maniabilité sur les bétons frais ont été effectuées dans le temps, au-delà de 15 minutes, le malaxeur a été recouvert entre chaque essai afin de limiter l'évaporation d'eau.

Pour conduire les essais sur un échantillon représentatif (éventuel problème de ressuage), un bref malaxage a été effectué avant chaque essai.

6.2.4. Moulage et conservation des éprouvettes

Les bétons (et mortiers destinés à la mise au point du mélange des sables) ont été moulés dans des moules cylindriques en carton destiné à la confection des éprouvettes 16*32 (diamètre de 16 cm, hauteur de 32 cm, soit un élanement de 2).

Les éprouvettes sont remplies en deux fois et la bonne mise en place du mélange est obtenu avec une aiguille vibrante électrique de 25 mm de diamètre. Le haut de l'éprouvette est ensuite surfacée avec une taloche.

Durant la prise, les éprouvettes ont été recouvertes pour éviter toute perte d'eau et stockées à la température ambiante (évoluant entre 20 et 26°C à l'époque des essais).

Le démoulage a été effectué au bout de 4 jours, puis les éprouvettes ont été conservées dans une piscine thermostatée à 20°C jusqu'aux échéances de 28, 150 ou 230 jours.

6.3. LES BETONS DE GRES : OPTIMISATION DU SQUELETTE ET ETUDE DES PROPRIETES

6.3.1. Optimisation du rapport sable de Moselle – sable de Brouch

Dans un premier temps on recherche le mélange entre les sables de Moselle et de Brouch qui permettra d'obtenir la plus forte compacité. On effectue donc plusieurs gâchées diversement dosées avec ces deux sables. On privilégie tout de même les mélanges riches en sable de Moselle puisque les modèles théoriques indiquent un optimum du squelette granulaire pour 70% de sable de Moselle et 30% de sable de Brouch (cf. § 55).

Un premier mortier, proche du dosage optimal théorique, est destiné à ajuster la quantité d'eau nécessaire pour l'obtention d'un affaissement satisfaisant (14cm). Il permet de fixer les paramètres de base des formules de mortier (tab. 81) ; seules les proportions de sable de Brouch et de Moselle changeront par la suite. Le ciment employé est le ciment CEM I.

Tableau 81 : Formule moyenne des mortiers réalisés

s/g	100000
s + g	542 l
C	443 kg
E/C	0.68
Air	15 l
A/C	0

Les données recueillies, à l'état frais comme à l'état durcis, sur ces différents gâchées de mortiers sont regroupées dans le tableau suivant (tab. 82)

Tableau 82 : Propriétés mesurées sur les mortiers frais et durcis (échéance de 28j)

Sm	%	95	85	75	65	45
sm/sb	-	19.0	5.7	3.0	1.9	0.8
Etalement Graf	cm	58	52	48	39	34.5
Affaissement	cm	29	28.5	12.2	6.8	4
Maniabilité (LCL)	sec.	-	0.5	4	10	33
Masse volumique fraîche	t/m ³	2.188	2.182	2.160	2.135	2.132
Air occlus	l	1.4	4.9	15.7	27.8	29.9
R compression	MPa	27.8	30.08	29.74	28.28	28.57
R. traction	MPa	3.03	3.46	3.35	3.11	3.23

Pourcentage et rapport volumiques

Ces différentes propriétés sur les mélanges frais ou durcis (échéance de 28 jours) sont représentées dans les figures suivantes (Fig. 111 à 116).

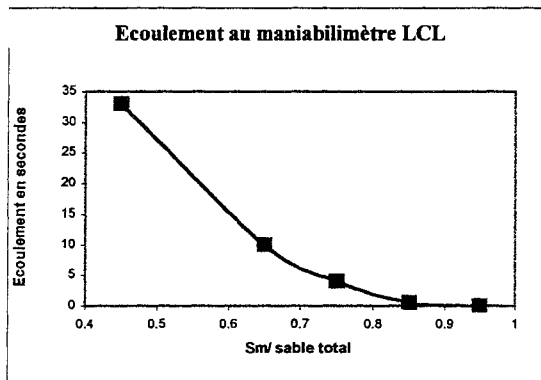


Figure 111 : Maniabilité mesurée au maniabilimètre.

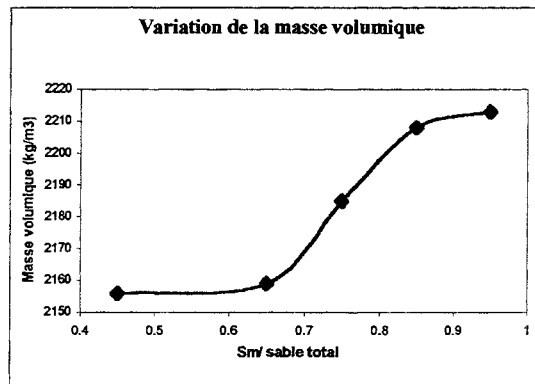


Figure 114 : Masse volumique des gâchées fraîches.

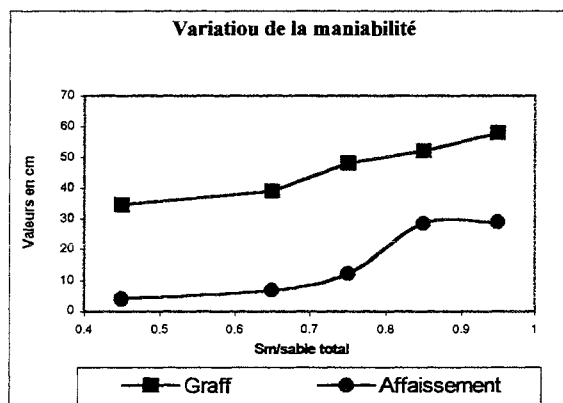


Figure 113 : Maniabilité mesurée avec l'essai Graf et au cône d'Abrams

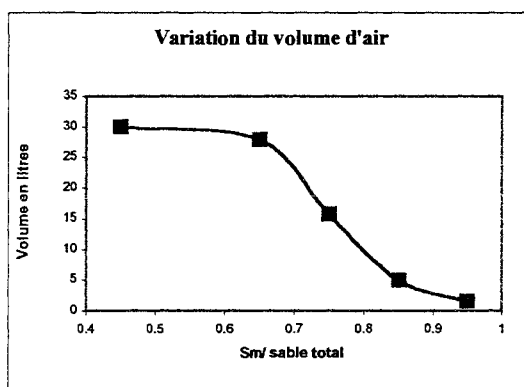


Figure 115 : Volume d'air occlus des gâchées fraîches.

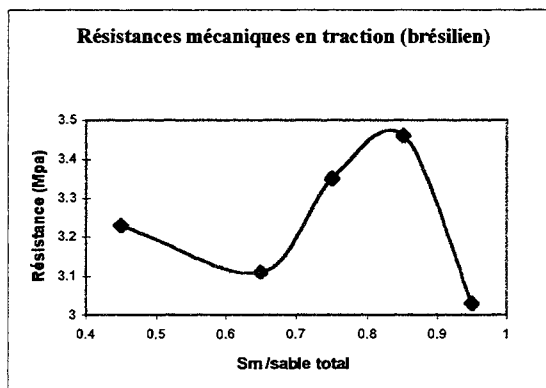


Figure 112 : Essai de fendage, à 28 jours.

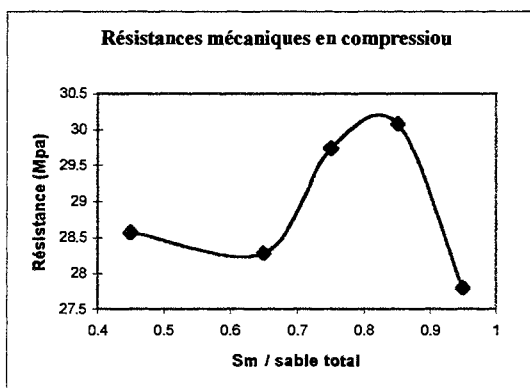


Figure 116 : Résistance mécanique en compression à 28 jours.

L'utilisation de la fiche expérimentale a permis d'avoir une assez bonne homogénéité au niveau des formules effectives des mortiers, notamment pour ce qui concerne les volumes finaux des gâchées. Il n'y a donc pas à réajuster les formules au m^3 et les résultats peuvent donc être directement exploités.

Les données obtenues sur les mortiers durcis, à l'échéance de 28 jours, nous montrent que l'optimum du mélange est obtenu pour une composition d'environ 80% de sable de Moselle et 20% de sable de Brouch. A l'état frais, l'évolution de la maniabilité mesurée par différentes méthodes et celle de la masse volumique ne mettent pas en évidence cet optimum. Elles augmentent avec la proportion de sable de Moselle, surtout si celle-ci est relativement faible ou intermédiaire. L'évolution du volume d'air occlus baisse continuellement, de 29 à 2 litres, au fur et à mesure que la teneur en sable de Moselle augmente. La valeur de 2 litres d'air occlus est anormalement basse et peut être en partie causée aux limites expérimentales de nos essais (cf. §64).

Au vu de ces résultats, on peut considérer que le mélange 80%-20% respectivement pour les sables de Moselle et de Brouch permet d'atteindre l'optimum. Il correspond aux performances mécaniques les plus élevées et permet d'obtenir les meilleures propriétés rhéologiques à l'état frais.

Toutefois, on a choisi de fixer le rapport de ce mélange à 75%-25%, dans le but d'utiliser le plus de sable de Brouch pour des raisons économiques. Ce petit décalage altère légèrement les propriétés mécaniques et rhéologiques, mais il offre un meilleur compromis vis à vis de l'emploi du sable de Brouch.

6.3.2. Optimisation du rapport s/g

De façon analogue aux essais précédents, on va rechercher expérimentalement l'optimum du rapport s/g. Pour ce faire, on fabrique une série de bétons dans lesquelles le rapport s/g varie et les autres paramètres demeurent constants. Le ciment employé est le ciment CEM I.

Dans un premier temps, on se base sur la formule optimale déduite des modèles théoriques pour mettre au point le rapport E/C qui permet d'obtenir un béton fluide. Expérimentalement, on obtient d'ailleurs une formule ayant des caractéristiques très proches ($s/g = 0.82$; $C = 359 \text{ kg/m}^3$; $E = 225 \text{ l}$; affaissement de 14cm) de celle établie par Bétonlab.pro ($s/g = 0.82$; $C = 350 \text{ kg/m}^3$; $E = 223 \text{ l}$; affaissement de 13.6cm). Théoriquement, de part et d'autre de ce rapport s/g optimal, les formules de béton doivent être moins maniables. La formule de base des différentes gâchées de béton est la suivante (tab. 83)

Tableau 83 : Formule de base des différents bétons ayant servi à ajuster le rapport s/g.

sb/s _{tot}	0.3
s + g	645 l
C	356 kg
E/C	0.62
air	17 l
A/C	0

Cette partie de l'étude a été réalisée quasiment en même temps que l'optimisation du mélange des sables, donc en utilisant les proportions sm-sb 70%-30% déduite du modèle. Rappelons que les essais mécaniques à 28 jours ont montré qu'un déplacement de l'optimum vers 75%-25% (sm-sb) était préférable. Cette légère différence influence la compacité du squelette mais ne modifie pas le rapport s/g optimal, comme l'ont montré des simulations théoriques.

Tableau 84 : Propriétés mesurées sur les bétons frais et durcis (échéance à 28j)

s/g	-	3.00	1.50	0.82	0.43	0.18
g [g/(g+s)]	%	25	40	55	70	85
Etalement Graf	cm	29	34.5	44.5	47.5	50.5
Affaissement	cm	1.0	3.6	14	15.0	18.1
Maniabilité (LCL)	sec.	120	40	5.5	4	16
Masse volumique	t/m ³	2.207	2.227	2.237	2.229	2.216
Air occlus	l	35.4	20.7	10.3	7.8	7.6
R. compression	MPa	30.15	30.68	30.38	25.97	19.68
R. traction	MPa	3.58	3.45	3.21	2.88	3.29

Pourcentage et rapport volumiques

Pourcentage de « g » exprimé par rapport au volume des granulats (sables et gravillons)

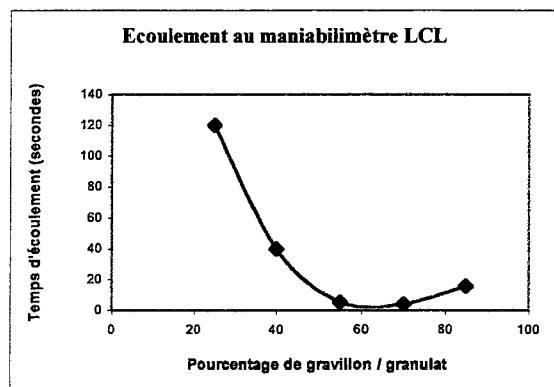


Figure 117 : Maniabilité mesurée au maniabilimètre type LCL.

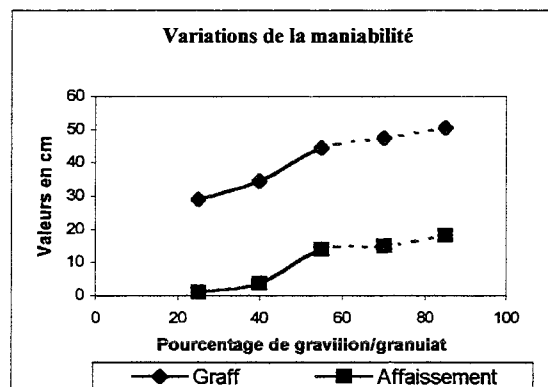


Figure 118 : Maniabilité mesurée au cône d'Abrams et avec l'essai Graf.

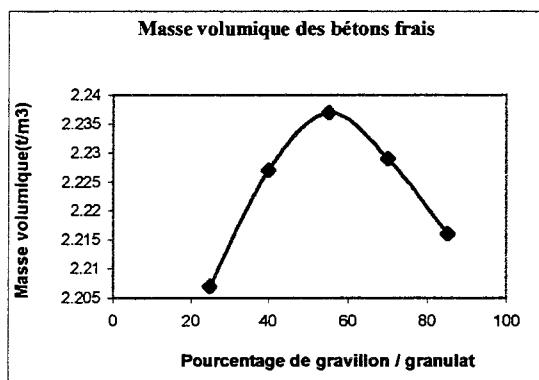


Figure 119 : Masse volumique des bétons frais.

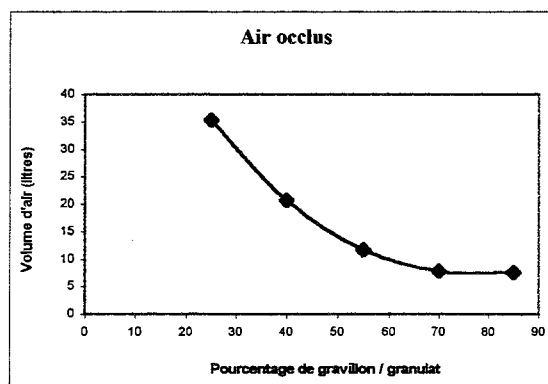


Figure 120 : Volume d'air occlus dans les bétons frais.

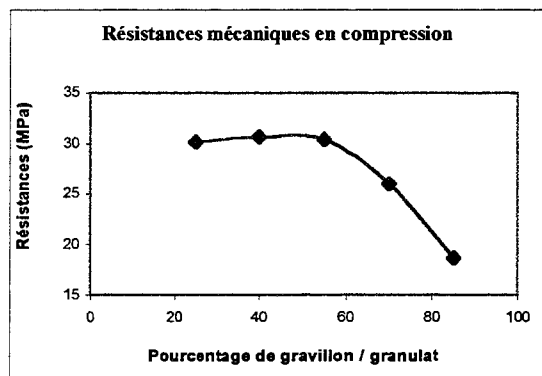


Figure 121 : Résistance mécanique en compression à 28 jours.

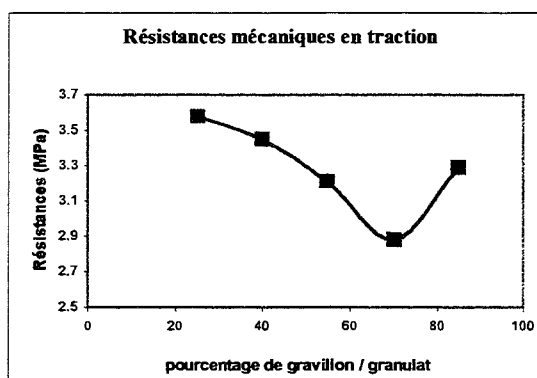


Figure 122 : Essai de fendage mesuré à 28 jours.

Pour les raisons déjà mentionnées au paragraphe précédent (§ 631), les données obtenues sur les bétons (tab. 84 et fig. 117 à 122) sont exploitées telles quelles, sans faire de réajustement des formules au m^3 .

Au niveau de la résistance mécanique en compression, l'optimum du rapport s/g se situe aux environs de 1. La résistance au fendage diminue à mesure que la proportion de gravillon augmente, puis augmente étrangement lorsqu'il y a plus de 70% de gravillons. La maniabilité mesurée au maniabilimètre type LCL et les mesures de masses volumiques réelles du béton indiquent un optimum à 60% de gravillons. Les valeurs de l'affaissement au cône d'Abrams et du Graf augmentent continuellement, avec la proportion de gravillons. Cependant, dans le cas extrême d'une forte proportion de gravillons, ces valeurs ne sont plus vraiment représentatives de ce qu'elles sont censées exprimer, car l'affaissement correspond plutôt à un éboulement des gravillons. La quantité d'air occlus diminue fortement lorsque la proportion de gravillon augmente. Elle présente un minimum vers 70% de gravillons et augmente faiblement ensuite.

Suivant les mesures sur lesquelles on se base, la proportion optimale de gravillon se situe entre 50% ($s/g = 1$) et 60 – 65% ($s/g = 0.69$). On choisit de se baser sur le critère des performances mécaniques en compression et en traction par fendage. On réalisera donc des bétons ayant un rapport s/g de 1. Malgré tout, le choix de ce rapport ne pénalise pas excessivement les diverses propriétés du béton frais.

On s'aperçoit qu'il existe un décalage entre l'optimum que l'on avait déduit des données simulées par Bétonlab.pro, et l'optimum que l'on tire à partir des résistances en compression expérimentales. Pourtant, les mesures réalisées sur les différents bétons à l'état frais sont globalement identiques à ce que prévoyait Bétonlab.pro.

Ce décalage entre l'optimum de résistance à l'état durci à 28 jours et celui indiqué par les propriétés fraîches du béton, sont imputables à des effets limitants générés par le gravillon. Bétonlab.pro tient compte de ces paramètres, mais à l'époque des simulations on ne connaissait pas leurs valeurs.

6.3.3. Influence de la résistance des gravillons sur la résistance limite des bétons de grès

Comme on vient de le voir, la résistance maximale d'un béton est en partie liée à la qualité mécanique des gravillons qu'il incorpore. On a donc cherché à formuler une série de bétons de plus en plus résistants, afin de voir si les gravillons concassés d'Altwies constituent un facteur limitant. La résistance croissante des bétons est obtenue en confectionnant des bétons très fermes, et en augmentant les dosages en ciment.

Les dosages visés en ciment étaient de 350, 400, 450 et 500kg/ m^3 . Le tableau suivant (tab. : 85) présente les dosages effectifs en ciment après une normalisation au mètre cube ainsi que les principales caractéristiques des bétons. Les ratios qui définissent le squelette granulaire (sm-sb, s/g) sont ceux fixés dans les deux paragraphes précédents.

Tableau 85 : Caractéristiques des bétons et performances mécaniques

Dosage CEM III	kg/m3	342	386	436	492
E/C	-	0.487	0.440	0.372	0.383
Affaissement	cm	0.5	2.0	0.6	1.4
Air	l	20.6	32.53	29.05	14.77
R. compression	MPa	45.07	52.23	59.70	65.10
R. traction	MPa	3.48	3.73	3.83	4.72

L'évolution de la résistance en compression en fonction du dosage effectif en ciment est représentée dans la figure suivante (fig. 123).

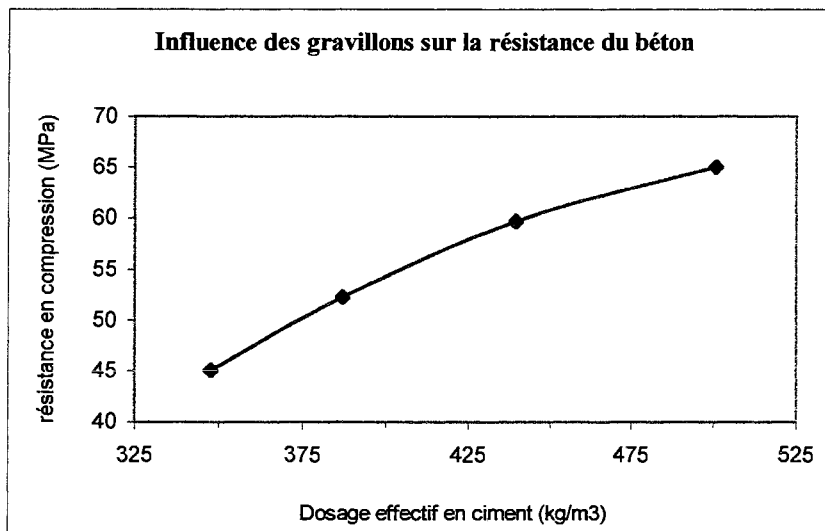


Figure 123: Evolution de la résistance des bétons de grès en fonction d'un dosage croissant en ciment.

La progression de la résistance en compression des bétons avec l'augmentation du dosage en ciment ne présente pas de pallier, du moins jusqu'aux résistances testées. La qualité des gravillons employés ne limite donc pas la résistance des bétons dans le domaine courant d'application. Par contre, la forme courbe de l'évolution obtenue montre que les granulats ne participent pas pleinement au développement de la résistance malgré une adhérence favorable entre la pâte et les gravillons.

L'extrapolation de la courbure tend à montrer que la résistance maximale possible avoisinerait 90 à 100 MPa, c'est-à-dire une résistance comparable à celle du grès beige clair de la carrière d'Altwies (cf. § 2173).

Des essais complémentaires ont été entrepris selon l'approche du modèle de résistance à la compression associé à Bétonlab.pro.

Connaissant à 28 jours la résistance de la matrice f_{cm} , déduite de la résistance et du dosage en ciment, du dosage en eau, de la quantité d'air et de « l'épaisseur maximale de pâte » (de Larrard, 1999), la résistance du béton f_c est donnée par la relation :

$$f_c = \frac{p f_{cm}}{q f_{cm} + 1} \quad (6-16)$$

avec « p » un coefficient d'adhérence entre la pâte de ciment et le granulat et « q » un coefficient décrivant la limitation de la résistance en compression du béton par le granulat.

Pour évaluer p et q , il suffit de disposer de deux bétons de résistances très différentes dont on connaît la résistance de la matrice. Le système se ramène alors à deux équations à deux inconnues.

Deux mortiers ont donc été fabriqués avec le sable de Brouch et deux dosages différents en ciment CEMI. Deux autres bétons « tout grès » ont été formulés avec ce même sable et du gravillon Ga 8/20 n° 4, avec toujours des dosages en ciment contrastés. Les formules sont données dans le tableau 86.

Tableau 86 : Formules des mortiers et des bétons « tout grès »

	Sb	Ga	C	E	SP	a	A	f_{cm}	f_c
Mg1	1151		588	333	1.5	39	5	47.7	39.4
Mg2	1340		352	289	0.9	87	5	17.4	14.4
Bg1	510	1080	369	228	0.9	7	11	34.5	34.4
Bg2	537	1138	290	218	0.7	9	9	23.9	26.7

On tire des résultats sur mortiers les coefficients p et q du sable Sb. Avec ces valeurs et les performances des bétons, on calcule les coefficients p et q du gravilat Ga. Les valeurs obtenues sont portées dans le tableau 87.

Tableau 87. Coefficients p et q du sable gréseux et du gravillon gréseux

	p	q
Sable gréseux	0.83	0
Gravillon gréseux	1.31	0.0067

La figure 124 montre, pour ces matériaux, l'effet des paramètres p et q sur la résistance à la compression des bétons.

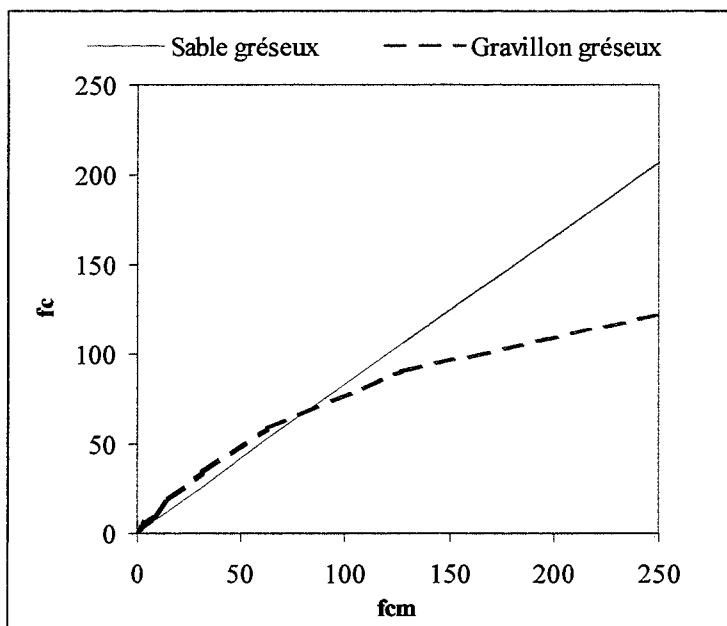


Figure 124 : Effet des paramètres p et q du sable et des gravillons sur la résistance à la compression des bétons

On constate que l'adhérence du sable à la pâte n'est pas excellente (coefficient $p < 1$) puisque la résistance des mortiers ne suit pas celle de la matrice. Par contre, celle des gravillons est bonne ($p > 1$). Mais ils présentent, de part leur nature, un effet limitant qui

devient sensible au-delà de 50 MPa. En tout état de cause, les bétons (richement dosés, type BHP) réalisés avec ces granulats ne dépasseront pas 110 MPa de résistance.

D'autre part, on observe qu'il est possible de fabriquer de très bon bétons courants « tout grès » puisque ces essais ont montré que l'on obtient un béton type B35 d'affaissement 10 cm, avec 370 kg de ciment. Cette formule est comparable à celle des bétons « tout Moselle » fabriquée en centrale.

De même, on retrouve des propriétés comparables entre les bétons B25 « tout grès » et les B25 mixtes et « tout Moselle » fabriqués en centrale.

Comparées aux formules « tout Moselle », les bétons « tout grès » ont un plus bel aspect en raison d'un squelette granulaire plus équilibré grâce à l'apport des fines du sable. Par contre, ces formules risquent d'être plus abrasives pour le matériel en raison d'un rapport s/g plus faible.

6.3.4. Réalisation d'abaques de formulation des bétons de grès

Les abaques de formulation, tirés d'algorithmes, sont destinés à formuler rapidement, sous forme illustrée, un béton courant utilisant le ciment CEM III (Ciments Luxembourgeois), les sables de Moselle et de Brouch, le gravillon concassé d'Altwies 6/16 et le plastifiant BV (0.25% d'extrait sec par rapport au ciment). Les dosages envisagés pour formuler les différents bétons sont de 280, 330 et 380 kg/m³. Les données de base nécessaires pour l'utilisation des abaques sont la résistance en compression du béton à 28 jours et l'affaissement au cône d'Abrams visés.

L'obtention de ces abaques se fait en trois phases. Une première phase expérimentale destinée à recueillir toutes les informations nécessaires, une seconde pour établir un certain nombre de lois qui régissent les propriétés des bétons et une troisième qui permet finalement de réaliser des abaques.

6.3.4.1 – Bétons expérimentaux préliminaires

Pour établir les abaques on a besoin de lois qui décrivent, pour chaque dosage en ciment, la résistance mécanique à 28 jours, l'affaissement, le volume d'air occlus, la composition des gâchées. On réalise donc trois séries de bétons expérimentaux pour lesquels tous ces paramètres sont mesurés. Dans chaque série, correspondant à un dosage en ciment donné, on fait varier progressivement le dosage en eau de façon à balayer une large gamme de maniabilité. Par la même occasion, d'autres paramètres évoluent également, le volume d'air occlus, le rapport E/C et la résistance.

Les conditions expérimentales sont celles habituellement utilisées et décrites précédemment dans le paragraphe 62.

Les principales données de ces bétons figurent dans le tableau suivant (tab. 88). On y retrouve les formules de chaque gâchée ajustée au mètre cube. Le volume d'air occlus (a), l'affaissement au cône d'Abrams (A) et la résistance en compression mesurée à l'échéance de 28 jours (Rc₂₈) sur un lot de trois éprouvettes sont également reportés.

Tableau 88 : Formules effectives et propriétés des bétons expérimentaux

Réf.	C eff	E eff/C	Flui	g	sb	sm	a	A	Rc ₂₈
	kg	-	Kg (e.s.)	l	l	l	l	cm	MPa
BL 10	266	0.6201	0.6	360	90	270	28.8	0.6	35.6
BL 11	268	0.7297	0.7	345	86	259	26.6	3.7	28.5
BL 12	279	0.8419	0.7	336	84	252	3.6	20	20.9
BL 13	271	0.7989	0.7	334	83	261	16.9	19	22.4
BL 14	275	0.7533	0.7	343	86	257	18.2	10.8	25.2
BL 15	325	0.6355	0.8	332	83	249	24.3	12.7	32.6
BL 16	324	0.6003	0.8	338	85	254	24.5	4.6	36.6
BL 17	326	0.5453	0.8	349	87	262	18.1	1.4	42.5
BL 18	327	0.6662	0.8	331	83	248	13.9	18.7	29.9
BL 19	374	0.5043	0.9	336	84	252	18.2	2.7	48.4
BL 20	374	0.5756	0.9	316	81	242	24.5	16.2	37.8
BL 21	370	0.5517	0.9	327	82	245	23	6.8	41.6
BL 22	375	0.5818	0.9	325	81	241	13.6	14.6	39.6

C_{eff} : dosage en ciment ; Flui. : dosage en fluidifiant ; g : volume de gravillon ; sm : volume de sable de Moselle
sb : volume de sable de Brouch

6.3.4.2 – Elaboration de lois décrivant les propriétés des bétons

Résistance en compression à 28 jours

A partir des données précédentes, il est possible de comparer la résistance en compression à 28 jours au rapport C/E. On retrouve alors expérimentalement l'expression d'une loi de type Bolomey (fig. 125).

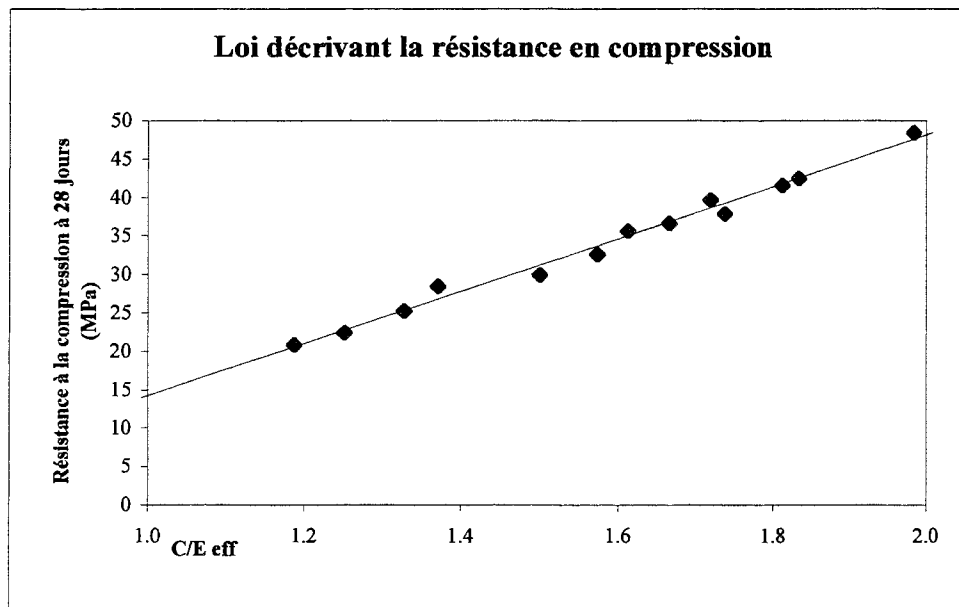


Figure 125 : Expression de la résistance à 28 jours en fonction de C/E_{eff}

L'équation de la droite obtenue par une régression linéaire sur l'ensemble des points est la suivante :

$$R_{c28} = 33.93 \frac{C}{E} - 19.74 \quad (6-17)$$

d'où on en déduit facilement :

$$\frac{E}{C} = \frac{33.93}{R_{c28} + 19.74} \quad (6-18)$$

Ouvrabilité des gâchées fraîches

Le volume d'eau efficace dans le béton a une influence directe sur l'ouvrabilité de la gâchée et se répercute donc au niveau de la valeur de l'affaissement. On cherche alors une relation entre ces deux paramètres (fig. 126).

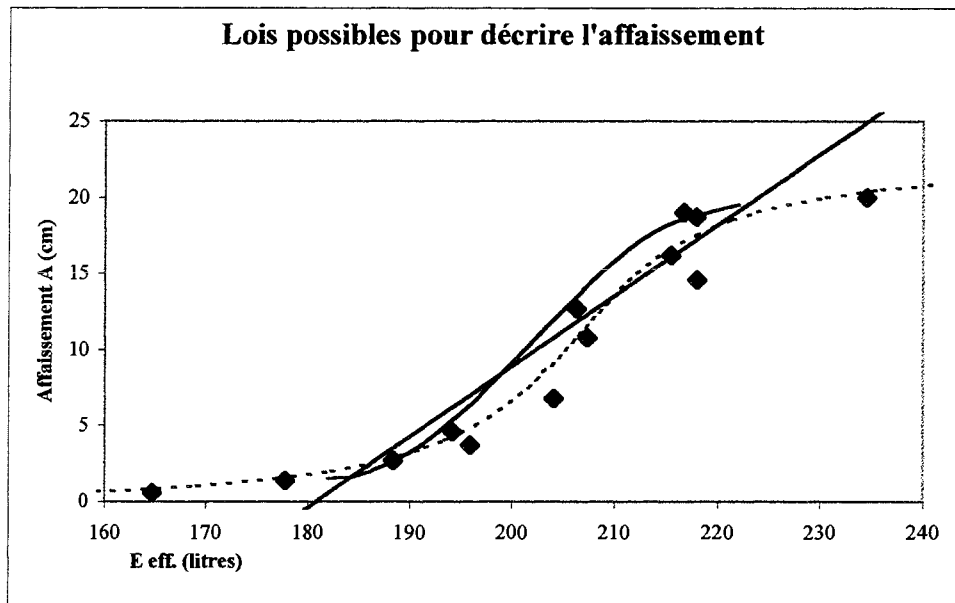


Figure 126 : Expression de l'affaissement en fonction du volume d'eau efficace et différentes lois envisageables

Les différents points expérimentaux se répartissent suivant un nuage en forme de « s » qui peut être décrit par différentes lois.

Un ajustement linéaire simple (inspiré de la règle de Lyse) tenant compte des points de valeurs compris entre 185 et 220 litres d'eau efficace renvoie à une erreur maximale de 5 cm sur l'affaissement pour les points les plus écartés. Cependant, il ne décrit pas l'affaissement d'un béton dès lors qu'il est ferme ou fluide.

L'équation de cette droite (cf. fig. 126 précédente) obtenue par régression linéaire (de y en x) par la méthode des moindres carrés est la suivante :

$$A = 0.464 E_{eff} - 83.90 \quad (6-19)$$

Une régression équivalente réalisée de x en y nous donne :

$$E_{eff} = 1.883 A + 184.59 \quad (6-20)$$

On peut également chercher à ajuster une loi de type trigonométrique, plus apte à tenir compte des inflexions dessinées par les points expérimentaux pour les valeurs extrêmes de l'affaissement.

Il est possible d'utiliser une fonction « $Y = \sin(X)$ » croissante, sur l'intervalle $[-\pi/2 ; \pi/2]$, entre (-1) et (1). Un paramétrage de X et Y permet d'adapter cette fonction sur l'intervalle [191.5 ; 212.5] pour des valeurs de Y comprises entre 0 et 21cm.

L'équation de la courbe (cf. fig. 126 précédente) est la suivante :

$$A = 9 \sin\left(\frac{E_{eff} - 202}{12.732}\right) + 10.5 \quad (6-21)$$

Cette fonction décrit l'évolution de l'affaissement pour des valeurs de E_{eff} comprises entre 190 et 212 litres et doit être complétée, en dehors, de cet intervalle par des valeurs constantes. En effet, au delà d'un certain seuil l'affaissement n'augmente plus et en deçà de 190 litres le béton est de plus en plus ferme et son affaissement est nul.

Une autre solution séduisante consiste à utiliser une fonction encadrée par deux limites, que sont l'affaissement minimal de 0 cm et la valeur maximale (dans notre cas) de 22cm. La fonction « $Y = \tan(X)$ » a l'allure que l'on recherche puisqu'elle varie de moins l'infinie à plus l'infinie sur l'intervalle $[-\pi/2 ; \pi/2]$, les bornes de l'intervalle étant les asymptotes.

Pour que cette fonction soit en phase avec la réalité des mesures, on la met sous la forme « $X = \tan(Y)$ ». Les limites de l'intervalle, et asymptotes, sur Y sont donc les valeurs limites de l'affaissement. Un paramétrage de X et Y permet d'obtenir une fonction (cf. fig. 126) qui décrit de manière satisfaisante l'ensemble des points expérimentaux. Son équation est :

$$E_{eff} = 10 \tan\left(\frac{A - 11}{7.64}\right) + 206.5 \quad (6-22)$$

Parmi les ajustements que l'on vient d'envisager, c'est cette dernière relation qui décrit l'affaissement de la manière la plus satisfaisante. Elle décrit l'eau efficace avec un écart inférieur à 5 litre, contre 8 litres pour les deux autres fonctions. En outre, elle a aussi l'avantage de ne pas être définie sur un intervalle (en E_{eff}), et de décrire les valeurs limites de l'affaissement.

On retiendra donc cette relation pour la mise en forme des abaques.

Volume d'air occlus dans les gâchées fraîches

Le volume d'air occlus dans le béton va dépendre de sa consistance (et aussi du temps de vibration réalisé jusqu'à l'obtention d'un béton bien fermé). De plus, le volume d'air contenu dans le mélange est une donnée fondamentale pour pouvoir ajuster et connaître les formules de béton au mètre cube. La figure suivante (fig. 127) représente le volume d'air occlus en fonction de la valeur de l'affaissement.

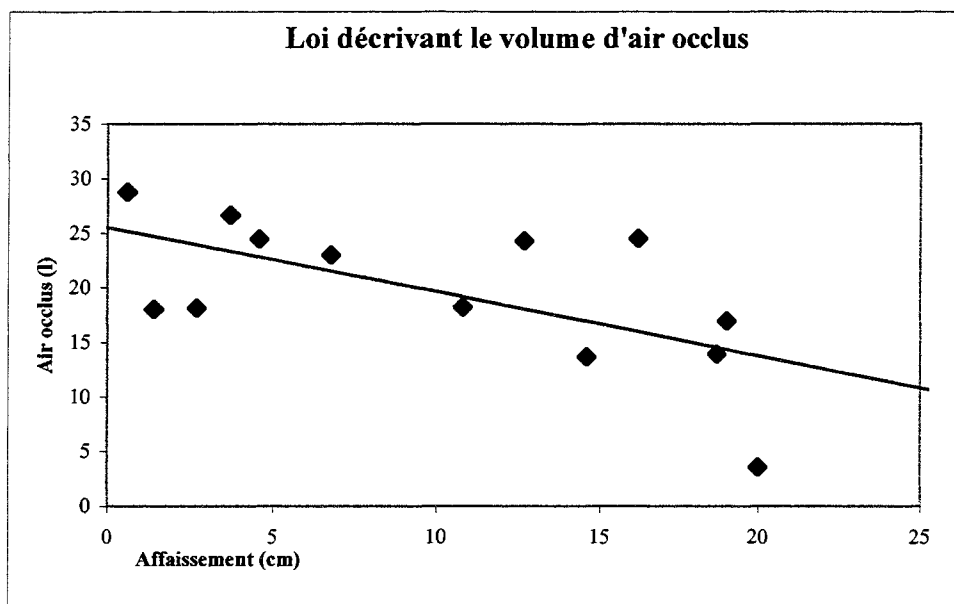


Figure 127 : Expression du volume d'air occlus en fonction de l'affaissement.

La droite de régression linéaire (de y en x) de l'ensemble de ces points a pour équation :

$$a = -0.59A + 25.5 \quad (6-23)$$

Malgré une dispersion des points expérimentaux assez élevée et un point aberrant (4 litres d'air occlus pour un affaissement de 20cm), on décide tout de même de faire passer une droite par le nuage de points.

6.3.4.2 – Abaques de formulation des bétons de grès

Les abaques que l'on se propose de tracer sont inspirées par une précédente étude réalisée sur des bétons mixtes de calcaire (Lecomte & Masson, 1996). Elles se composent d'une succession de six graphiques concernant les propriétés du béton et sa composition, pour les trois dosages de référence, 280, 330, et 380kg/m³ (cf abaque, Fig. 128). Dans un premier temps on exploite les fonctions qui viennent d'être définies précédemment.

- graphe « résistance – rapport E/C »

On utilise l'équation de la loi de Bolomey, mais au lieu de l'utiliser à partir du rapport C/E, (relation n°6 -17) on prend le rapport E/C (relation n°6 -18). Cette seconde équation n'est plus l'équation d'une droite, mais celle d'une hyperbole.

- graphe « affaissement- rapport E/C »

Pour chaque dosage en ciment on se fixe des affaissements au cône compris entre 0 et 20cm (que l'on peut transformer en étalement Graf grâce à la relation du § 6132), et il est possible de calculer le volume d'eau (eau efficace) nécessaire pour atteindre les maniabilités requises, à partir de la relation n°6- 22.

On a alors les données nécessaires pour calculer le rapport E/C puis tracer les trois droites qui permettent de décrire l'affaissement A en fonction du rapport E/C.

-graphes « dosages des constituants »

Le calcul du dosage des différents constituants s'effectue pour un mètre cube, pour les trois valeurs discrètes, 280, 330 et 380 kg/m³. L'affaissement est pris comme variable. Les quantités de granulats, dans leurs proportions optimales respectives, sont le complément à 1000 des volumes de ciment, d'eau, d'adjuvant et d'air. Le détail des calculs figure dans le tableau suivant (tab. 89), pour quatre valeurs d'affaissement données.

Pour chaque volume de ciment fixé, on effectue les calculs suivants :

E_{eff} , le volume d'eau efficace (en litres), est calculé d'après la relation n°6- 22 du paragraphe précédent.

A partir du volume d'eau efficace, on recherche le volume d'eau de gâchage (E_{gach}) qu'il est nécessaire d'ajouter au mélange sec pour tenir compte de l'absorption des granulats et de l'eau apportée indépendamment par l'ajout de fluidifiant.

$$E_{gach} = E_{eff} + \sum Ab_i M_i - [w_{flui} \times (0.0025 \times C)] \quad (6- 24)$$

où : Ab est l'absorption d'un granulat,
 Ms est la masse sèche d'un granulat (kg),
 w_{flui} est la teneur en eau du fluidifiant utilisé (3.796),
0.0025 est la teneur, en extrait sec, du fluidifiant par rapport à la masse de ciment,
 C est la masse de ciment (kg).

Le volume de fluidifiant (**flui**) se calcule d'après la masse de ciment incorporée.

$$flui = 0.0025 \times C \times (1/\rho_{es, flui} + w_{flui}) \quad (6- 25)$$

où : $flui$ est le volume de fluidifiant (l),
 $\rho_{es, flui}$ est la masse volumique réelle de l'extrait sec du fluidifiant,

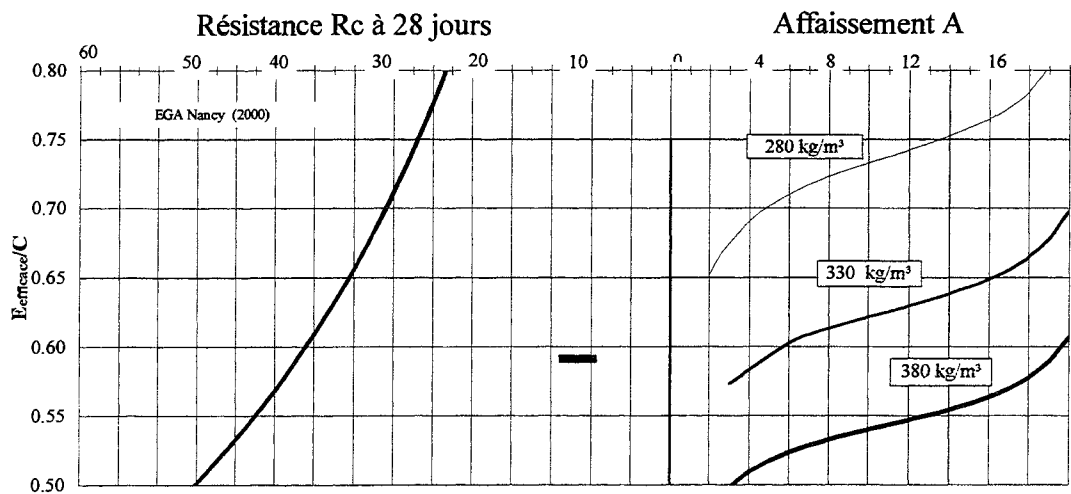
Le volume d'air occlus (a , en litres) est calculé grâce à la relation précédente n°6- 23.

Les masses des différents granulats à incorporer sont toutes calculées à partir du volume réel des granulats, puisque l'on connaît leurs proportions volumiques dans le squelette granulaire.

La masse sèche de gravier (Ga) est donné par la relation suivante :

$$Ga = \frac{g}{s + g} \rho_{r, Ga} \left(1000 - \left(\frac{0.0025 \times C}{\rho_{r, es, flui}} + \frac{C}{\rho_{r, C}} + a + E_{eff} \right) \right) \quad (6- 26)$$

où : g est le volume de gravillon (l),
 s est le volume du mélange de sables (l),
 $\rho_{r, Ga}$ est la masse volumique réelle du gravillon d'Altwies (2.392 t/m³),
 $\rho_{r, C}$ est la masse volumique du ciment (3.1 t/m³)
1000 correspond à un volume de 1 mètre cube duquel on ôte les volumes d'extrait sec d'adjuvant, de ciment, d'air occlus et d'eau.



BETONS DE GRES

Formules FLUIDIFIEES

REALISEES AVEC LES GRANULATS GRESEUX
0/2 ET 8/20 DE LA CARRIERE D'ALTWIES
DU SABLE DE MOSELLE 0/2
ET LE CEMIII 42.5 DE L'USINE Y

Absorption moyenne des granulats :
Sable de Moselle : $Ab = 0.67$ - Sable de Brouch : $Ab = 0.60$
Gravier 6/20 : $Ab = 2.75$

Soit un béton de résistance $R_{c28} = 35$ MPa
et d'affaissement $A = 10$ cm

Les abaques donnent pour 1 m^3 :

C = 330 kg
Etot = 230 litres
Sm sec = 650 kg
Sb sec = 219 kg
Ga sec = 800 kg
Adj. = 1.1 % de C soit 3.6 l (dont 2.84 l d'eau)

Au moment de la fabrication, les granulats sont humides :
soit Ws la teneur en eau des sables; exemple $Ws = 6\% = 0.06$
soit Wg la teneur en eau du gravier; exemple $Wg = 4\% = 0.04$

Les masses de sable humide (Sh), de gravier humide (Gh)
et d'eau (Efab) à introduire sont :

$$\begin{aligned} Sm_h &= S_{sec} \cdot (1 + Ws) = 650 \cdot 1.06 = 689 \text{ kg} \\ Sb_h &= S_{sec} \cdot (1 + Ws) = 219 \cdot 1.06 = 232 \text{ kg} \\ Ga_h &= G_{sec} \cdot (1 + Wg) = 800 \cdot 1.04 = 832 \text{ kg} \\ E_{fab} &= E_{tot} - (Sm_{sec} \cdot Ws) - (Sb_{sec} \cdot Ws) - (G_{sec} \cdot Wg) \\ &= 232 - (650 \cdot 0.06) - (219 \cdot 0.06) - (800 \cdot 0.04) \\ &= 145.3 \text{ litres} \end{aligned}$$

Résumé: Les quantités de matériaux nécessaires sont :

C = 330 kg
Efab = 145 litres
Sm hum = 689 kg
Sb hum = 232 kg
Ga hum = 832 kg
Adj. = 3.6 litres

POUR 1 m^3
incluant le volume d'air
occlus calculé avec
de la relation 6- 24

E.G.A. / IUT Génie Civil Nancy
J-M. Mechling,
d'après A. Lecomte & L. Masson 1996

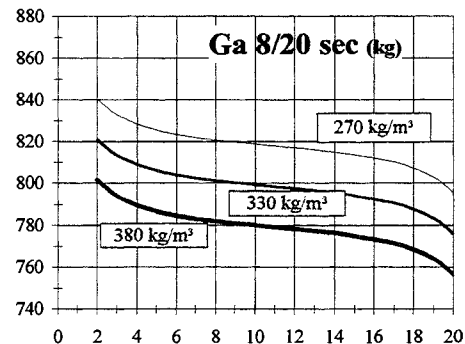
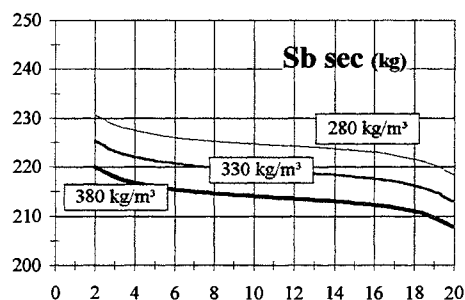
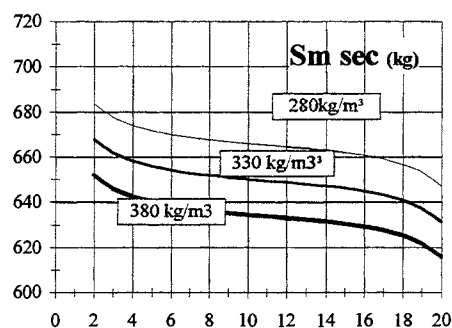
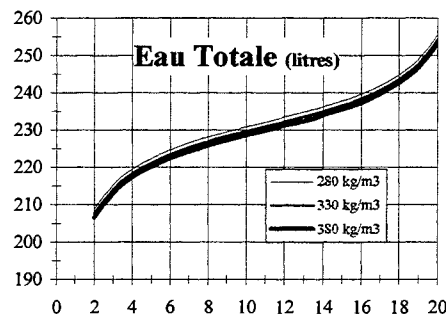


Figure 128 : Abaque de formulation des bétons de grès

Les masses sèches des sables de Brouch et de Moselle se calculent de manière similaire, seuls changent le rapport volumique par rapport au squelette granulaire et la masse volumique réelle.

$$Sb = \frac{sb}{s + g} \rho_{r.Sb} \left(1000 - \left(\frac{0.0025 \times C}{\rho_{r.es.flui}} + \frac{C}{\rho_{r.C}} + a + E_{eff} \right) \right) \quad (6-27)$$

où : sb est le volume du sable de Brouch (l),

$\rho_{r.Sb}$ est la masse volumique réelle du sable de Brouch (2.627g/cm³),

Les relations 6 -24, 6- 26 et 6- 27 (utilisée pour les deux sables) servent à construire les quatre graphes des abaques destinés à indiquer les masses des constituants respectifs (cf. abaque des bétons de grès).

Le tableau suivant reprend à titre d'exemple toutes les valeurs obtenues avec les calculs précédents pour quatre valeurs d'affaissement A (tab. 89).

Tableau 89 : Formules de béton pour quatre affaissements donnés et trois dosages en ciment, calculées à partir des relations précédentes.

A	a	E _{eff}	Sm			Sb			Ga			E _{gach} ⁽¹⁾			flui		
			280	330	380	280	330	380	280	330	380	280	330	380	280	330	380
1	25.5	131	733	717	701	247	242	237	901	881	862	159	158	157	3.08	3.63	4.18
5	23.6	197	672	656	640	227	221	216	825	806	787	222	221	220	3.08	3.63	4.18
10	19.6	205	666	650	635	225	219	214	819	799	780	231	230	229	3.08	3.63	4.18
15	16.5	212	662	646	631	223	218	213	814	794	775	238	237	235	3.08	3.63	4.18

L'eau apportée par le fluidifiant est déjà décomptée de l'eau de gâchage

⁽¹⁾ En grisé, les différents dosages en ciment (kg/m³)

6.3.5. Formulation des bétons destinés à l'expérimentation des kieselguhrs

Comme cela a déjà été indiqué au chapitre 1, notre objectif est de réaliser des bétons, de résistances de 25 et 35 MPa, incorporant les grès et des kieselguhrs calcinés. Pour étudier les effets de l'incorporation des kieselguhrs, on se base sur des formules de béton « témoin » à partir desquelles une partie du sable sera remplacé par les kieselguhrs (en volume constant), sans autre modification.

On souhaite en effet considérer les kieselguhrs comme une addition minérale que l'on souhaite simplement éliminer en l'incorporant dans des bétons, et non comme une pouzzolane potentielle. Deux raisons essentielles nous ont poussés à adopter cette démarche, différente de celle qui prévalait pour les mortiers.

- L'incorporation des constituants des kieselguhrs dans les mortiers, en remplacement d'un volume identique de ciment, n'a généralement pas permis d'obtenir un gain de résistance à la compression de ces derniers. Les comparaisons ont pourtant été faites par rapport à des mortiers ayant les mêmes maniabilité et E/C (cf. § 455).

- Le fait de modifier les dosages en ciment en fonction du volume de kieselguhrs incorporés oblige, comme ce fut le cas des mortiers, à effectuer de nombreux réajustements pour estimer l'action réelle des kieselguhrs sur la résistance mécanique.

Les simulations avec le MSS ont montré (cf. §543) que l'incorporation des kieselguhrs dans le béton entraîne automatiquement une diminution de la compacité du squelette granulaire, d'autant moins forte que l'on substitue des éléments fins.

Comme dans l'exemple simulé, on ne peut pas faire une substitution sélective d'une fraction d'un sable, mais on peut substituer les kieselguhrs à un volume égal de sable.

Les formules de base ont été déterminées à partir des lois qui ont permis d'établir les abaques (§ 6342). Pour une résistance à 28 jours de 25 MPa et un affaissement de 10 cm, le dosage en ciment doit être inférieur à 280 kg de ciment par mètre cube.

On a choisi d'adopter les dosages en ciment en conséquence, sans se soucier des spécifications de la norme relative aux BCN ou BCS (cf. § 511). Les formules de béton que l'on envisage restent cependant conformes aux formules de BPE fabriquées par les partenaires industriels (cf. § 512).

Les calculs ont été effectués afin d'obtenir les formules théoriques qui correspondent exactement aux caractéristiques que l'on souhaite obtenir. Les paramètres que l'on impose sont les résistances en compression (25 et 35 MPa) et l'affaissement (10 cm). Les résultats figurent dans le tableau suivant (tab. 90).

Tableau 90 : Formules théoriques des bétons destinés à tester les kieselguhrs.

	Rc₂₈	E/C	A	E	C	a	flui	γ	s+g	g	sb	sm
	<i>MPa</i>		<i>cm</i>	<i>l</i>	<i>kg</i>	<i>l</i>	<i>kg</i>	<i>l</i>	<i>l</i>	<i>l</i>	<i>l</i>	<i>l</i>
B25	25	0.76	10	205	271	19.6	0.41	775	688	344	86	258
B35	35	0.62	10	205	331	19.6	0.50	775	668	334	83	250

La masse de fluidifiant est exprimée en extrait sec

Ces formules théoriques montrent une nouvelle fois, qu'il est possible d'obtenir des bétons résistants (25 à 35 MPa) avec des dosages que l'on peut qualifier « d'ordinaire ».

Elles sont utilisées dans l'étude expérimentale de l'incorporation des kieselguhrs dans les bétons (cf. § 65), où elles serviront de formule témoin et constitueront donc la base de toutes les gâchées.

6.3.6. Conclusion

Cette première partie de l'étude expérimentale des bétons a permis d'optimiser le squelette granulaire des bétons de grès et de confirmer la pertinence des modèles théoriques utilisés. On retrouve en effet quasiment la même formule optimale, et le comportement des mélanges à l'état frais est relativement proche de ce qui était annoncé. On a également pu montrer que la qualité mécanique des granulats employés permet de fabriquer des bétons résistants (60 MPa et plus), même si le petit décalage observé entre l'optimum granulaire des modèles et celui déduit de la résistance mécanique observée permet de mettre en évidence des facteurs limitants générés par les gravillons.

Des abaques de formulation des bétons ont également été élaborés en tenant compte de trois dosages en ciment (CEM III) distincts. Outre l'utilisation des modèles théoriques, ils constituent pour le centralier, une aide appréciable pour préparer de nouvelles formules de béton et visualiser graphiquement les évolutions de certaines propriétés (résistance, affaissement, air occlus). On note par exemple que la maniabilité de nos bétons (exprimée par l'affaissement) est un paramètre difficile à ajuster à cause des variations des propriétés physiques des granulats (teneur en eau, absorption). Seulement 30 litres d'eau effective sont

nécessaires pour passer d'un béton ferme à très fluide, et il évolue très rapidement lorsque l'on est au voisinage d'un affaissement de 10 à 12 cm.

Enfin, ces abaques nous ont servi pour définir deux formules de béton destinées à étudier les conséquences de l'incorporation des kieselguhrs dans les bétons.

6.4. REFLEXION SUR LES LIMITES EXPERIMENTALES

6.4.1. Artefacts expérimentaux envisageables

Dans tous les laboratoires, des erreurs expérimentales peuvent intervenir à différentes étapes et doivent être prises en compte, autant que possible, dans l'ajustement systématique de des formules de béton. Malgré tout, il subsiste des artefacts difficilement maîtrisables qui engendrent automatiquement une certaine imprécision au niveau des mesures et des abaques et modèles qui en découlent.

6.4.1.1 – Moulage des éprouvettes

Le moulage des éprouvettes nécessite une mise en place du béton dans des moules cylindriques ($\varnothing$: 16 cm ; hauteur : 32 cm) de par le biais de vibrations. Il s'agit donc d'une étape très simple, mais complexe en réalité, car elle pose un problème de reproductibilité qui grève la précision des paramètres qui en découlent, notamment le volume d'air occlus. En effet, pour un même mélange, le volume d'air occlus est étroitement lié au degré de compaction généré par le mode de mise en place. La masse volumique réelle qui en découle dépend également de ce mode de mise en place.

Les conditions (durée et mode de vibration) de mise en place du béton à l'aiguille vibrante doivent donc être définies de façon rigoureuse, indépendamment de l'opérateur qui effectue le travail.

Pour tenter de palier à ce problème, il serait préférable de vibrer systématiquement les éprouvettes avec une table vibrante, en adaptant les durées en fonction de la consistance du mélange.

N'ayant pu définir un tel protocole et malgré la rigueur apportée au serrage des bétons frais, le degré de compaction final de nos différentes gâchées est sujet aux aléas de la technique. La dispersion des valeurs obtenues (relation n° 6- 23) le montre.

6.4.1.2 – Détermination de la masse volumique

Les masses volumiques ont été déterminées à partir des éprouvettes de béton frais préalablement moulées et vibrées. Cette méthode a l'avantage d'exprimer cette grandeur pour les conditions précises dans lesquelles va s'effectuer la prise hydraulique.

Toutefois l'utilisation de moules cylindriques perdus en carton (16cm de diamètre par 32cm de haut) a rendu difficile l'obtention de mesures précises pour les raisons suivantes :

- Le volume des moules oscille autour de 6460 cm^3 , contre 6400 cm^3 pour le volume d'un moule de taille normalisée.

- Sous l'action de la masse de béton qu'elles contiennent, les éprouvettes se déforment légèrement, accroissant ainsi leur volume.

- L'extrémité cartonnée du moule est susceptible d'absorber une certaine masse (7 à 10g) d'eau de gâchage au cours de la confection de l'éprouvette.

A cela on peut encore considérer que suite au moulage, des résidus de béton restent collés au moule et font augmenter la masse de l'éprouvette (environ 20 à 30g par éprouvette suivant la fluidité).

La mesure de la masse volumique est envisageable dans les moules en carton, à condition de faire attention aux points précédents et d'en tenir compte dans les calculs, ce qui a été fait. Elle peut avantageusement être réalisée dans un moule métallique pour éprouvettes de béton, mais cela impose une balance précise (au gramme) qui puisse effectuer des pesées de l'ordre de 32 kg.

Comme précédemment, nos mesures bien que réalisées avec un maximum de précautions dans des éprouvettes en carton sont forcément sujettes aux erreurs expérimentales décrites précédemment.

6.4.1.3 – Détermination du volume d'air occlus

Pour l'ensemble de nos essais, le volume d'air occlus dans la gâchée de béton frais est calculé à partir des masses volumiques théoriques et expérimentales (cf. § 612), ce qui le rend automatiquement dépendant des incertitudes liées à la mise en place et à la masse volumique (paragraphes précédents).

Très précise dans l'absolu, cette méthode nécessite également de connaître parfaitement les propriétés des matériaux pour calculer la masse volumique théorique exacte de la gâchée. Or une propriété, comme l'absorption des gravillons (cf. § 1), est susceptible de varier dans des proportions non négligeables et peut être liée à l'hygrométrie du granulat (paragraphe suivant).

Un autre moyen de mesurer l'air occlus est l'utilisation d'un airmètre. Il a l'inconvénient de ne pas directement faire la mesure sur le béton tel qu'il est mis en place dans l'éprouvette. Le principe de la mesure repose sur une compression déterminée de la gâchée pour déterminer, grâce à la loi de Mariotte sur les gaz parfaits, le volume d'air occlus. Cette compression peut éventuellement fausser le volume de la gâchée en faisant rentrer un certain volume de pâte cimentaire et d'eau dans les pores du grès non saturé en eau.

Cependant des mesures de volume d'air occlus réalisées avec ces deux méthodes montrent qu'elles sont globalement équivalentes lorsque toutes les précautions (au moment du moulage et des mesures) sont prises.

6.4.1.4 – Variations de l'absorption et de l'humidité des gravillons

L'absorption des gravillons et le degré de saturation en eau des pores sont des propriétés qui évoluent suivant les zones d'exploitation de la carrière et la teneur en eau. Cela entraîne des variations du volume d'eau effective dans les bétons, suivant qu'une même quantité d'eau

sera absorbée ou libérée dans la gâchée. Ces variations se répercutent aussi sur le volume final de la gâchée.

Pour étudier le phénomène deux séries de mesures ont été réalisées (tab. 91) sur les deux productions de gravillons Ga8/20 n°3 et n°4, dont l'une était humide, l'autre quasiment sèche (teneurs en eau respectives, sur l'ensemble du granulats, de 2.14 et 0.69%). Dans chaque échantillon on a ensuite prélevé 100 grammes de grains dont la taille était comprise entre 10 et 14 mm, pour étudier leur absorption initiale puis après 1 heure et 24 heures d'imbibition.

Tableau 91 : Saturation en eau de la porosité des grès, au cours du temps, et suivant la teneur en eau initiale de l'échantillon (humide ou sec)

Echantillon Ga 8/20	Teneur en eau initiale de l'échantillon	Eau absorbée initialement ^[1]	Eau absorbée après 1h d'imbibition ^[2]	Absorption mesurée sur les grains ^[3]
n°3	2.14 %	2.56 %	2.56 %	2.56 %
n°4	0.69 %	1.49 %	2.08 %	2.08 %

[1] Cette absorption initiale correspond à la teneur en eau des grains sélectionnés.

[1] Après un quart d'heure d'imbibition, la proportion d'eau absorbée est déjà la même.

[2] Absorption mesurée suivant le principe de la norme NF P 18-554, mais sur un échantillon de 100 grammes.

On constate tout d'abord un écart de la valeur de l'absorption de 0.5% entre ces deux échantillons, ce qui peut représenter une erreur de 4 litres d'eau, pour 800 kg de gravillon (dosage moyen pour un mètre cube de béton optimisé). Cette erreur est portée à près de 5.5 litres si on considère une absorption de 2.75, valeur mesurée selon la norme (cf. 2163) et utilisée dans les calculs d'ajustement des formules.

On remarque ensuite que la proportion d'eau absorbée par les gravillons, de taille comprise entre 10 et 14 mm, est supérieure à la teneur en eau moyenne du granulats. Ce phénomène s'explique par le fait que le granulats résulte du mélange de grains poreux et de grains ayant une absorption plus faible, voire négligeable, comme c'est le cas pour le sable. En d'autres termes, l'humidité du granulats se retrouve principalement dans la porosité des gros grains.

Il apparaît donc que la mesure de teneur en eau ne reflète pas le degré de saturation des pores des gravillons et que par conséquent il est difficile de prévoir exactement la quantité d'eau nécessaire pour satisfaire l'absorption.

Pour le gravillon n°4 et d'après les valeurs du tableau précédent, il faut apporter 1.4% (2.08-0.69) d'eau exprimée en masse pour saturer les gravillons, si on considère la teneur en eau moyenne du granulats. En réalité il en faut nettement moins puisqu'une partie au moins des gravillons ont déjà un taux de saturation nettement plus élevé, de l'ordre de 1.5%. On attribue d'autre part la même absorption à l'ensemble du granulats alors que sa fraction la plus fine a une absorption relativement faible.

Rapporté une nouvelle fois à 800 kg de gravillons, ces différences de teneur en eau et d'absorption nous conduisent certainement à surestimer de quelques litres, la quantité d'eau nécessaire pour saturer un granulats initialement trop sec.

Dans ces conditions, il est certainement plus avantageux de réaliser des gâchées avec des matériaux ayant des teneurs en eau voisines de l'absorption, plutôt qu'avec des matériaux secs (surtout si ceux-ci ont une absorption prononcée). L'absorption étant satisfaite avant le gâchage, on limite ainsi les risques d'erreurs au niveau du calcul de l'eau de gâchage.

On constate enfin que lorsque l'absorption n'est pas initialement satisfaite, elle semble s'effectuer rapidement c'est-à-dire dans la première heure voire le premier quart d'heure suivant le début de l'imbibition.

6.4.2. Conséquences au niveau de certaines formules de béton

La première série expérimentale de bétons de grès a permis d'optimiser le squelette granulaire et tirer des lois et abaques qui décrivent les principales propriétés des bétons.

On s'est aperçu par la suite que certains bétons formulés à partir de ces lois ne vérifiaient pas réellement les prévisions d'affaissement et avaient une résistance à la compression moins forte que prévu. Il s'agit des gâchées témoins des deux séries de bétons à base de kieselguhrs (cf. § 6.6).

Ce décalage entre la prévision théorique et la réalité (fig.127) ne peut pas provenir du ciment (utilisation d'un même lot, ciment conservé dans des conditions identiques et utilisé avec seulement trois semaines d'écart) ou de l'adjuvant (utilisation d'un produit et d'un dosage identiques). En revanche, ces deux séries d'essais n'ont pas été confectionnées avec la même production de gravillon. De plus, les formules destinées à mettre au point les abaques ont utilisé des gravillons suffisamment humides pour que l'absorption soit satisfaite dès le début du malaxage, contrairement aux formules témoins des bétons de kieselguhrs.

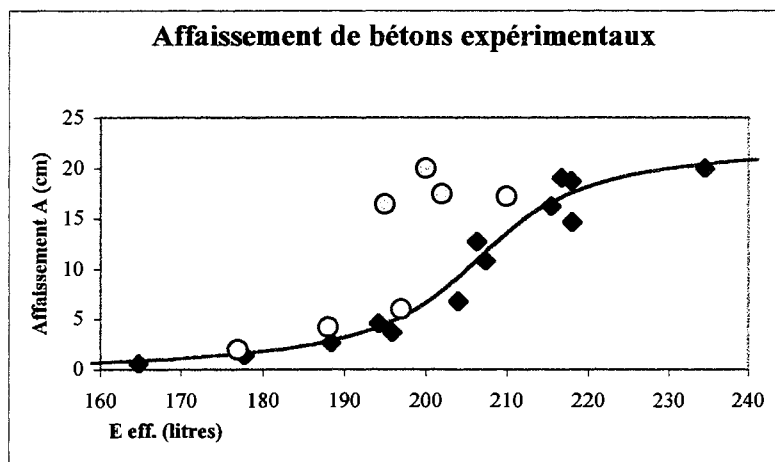


Figure130 : Affaissement des gâchées de béton de grès

Points foncés : valeurs ayant permis de déterminer la loi ; Ronds clairs : valeurs obtenues sur des bétons destinés à vérifier les abaques ; Ronds grisés : valeurs obtenues sur des bétons incorporant des granulats secs

Les gâchées trop fluides précédemment évoquées ont manifestement un surplus d'eau, provoqué par un changement des propriétés des granulats non comptabilisé dans l'élaboration de la formule. Ces changements susceptibles de modifier le volume d'eau efficace ont été décrits dans le paragraphe précédent (cf. § 6.4.1.4). Dans l'exemple évoqué plus haut, le cumul de deux phénomènes (diminution de l'absorption ; granulat partiellement saturé en eau) pourrait avoir comme effet une augmentation du volume d'eau effective proche de 10 litres ! C'est le volume d'eau efficace nécessaire pour passer d'un affaissement de 12 à 18 cm (cf. fig. 128).

6.5. LES BETONS DE GRES ET DE KIESELGUHRS

6.5.1. Principe des essais et mesures envisagées

6.5.1.1 – Principe des essais

Le principe des essais repose sur une étude comparée systématique des essais, entre un béton témoin et des bétons incorporant des kieselguhrs en quantité variable (quatre dosages). Chaque série d'essai est ainsi composée de cinq gâchées successivement fabriquées dans des conditions identiques.

Les formules réalisées sont celles calculées d'après les abaques de formulation établies grâce aux formulations expérimentales des bétons de grès (cf. § 635) et rappelées ci-dessous (tab. 92). On y ajoute une variable qui est le volume de kieselguhr D2 incorporé dans la gâchée.

Dans les bétons expérimentaux, les kieselguhrs sont considérés au même titre qu'un granulat, et ont donc été incorporés en remplacement d'un volume égal de sable, contrairement aux essais réalisés sur les mortiers. Leur taux d'incorporation (5, 10, 15 et 25%) est un coefficient volumique exprimé par rapport au ciment.

La fiche expérimentale de formulation réalisée sur Excel™ permet de faire un bilan de l'eau apportée, et de l'eau absorbée par les kieselguhrs, pour ensuite en tenir compte dans le calcul de l'eau efficace (E_{eff}). Dans ces conditions, l'ajout des kieselguhrs peut se faire avec un volume d'eau efficace et donc un rapport E/C constant.

Tableau 92 : Rappel des formules témoins des bétons B25 et B 35 destinées à étudier les effets de l'incorporation des kieselguhrs

	Rc₂₈	E/C	A	E	C	a	flui	γ	s+g	g	sb	sm
	<i>MPa</i>		<i>cm</i>	<i>l</i>	<i>kg</i>	<i>l</i>	<i>kg</i>	<i>l</i>	<i>l</i>	<i>l</i>	<i>l</i>	<i>l</i>
B25	25	0.76	10	205	271	19.6	0.41	775	688	344	86	258
B35	35	0.62	10	205	331	19.6	0.50	775	668	334	83	250

Les précautions expérimentales (homogénéisation préalable des granulats, conditions de malaxage, conservation des éprouvettes...) sont en tous points identiques à celles déjà mises en œuvre (cf. § 62) dans la première partie consacrée à la formulation des bétons de grès.

Cette nouvelle série de bétons utilise cependant une nouvelle production de gravillon, Ga 8/20 n°4, dont la teneur en eau (1.2 % et 2% pour les gâchées de la série B25 – CEM I) est inférieure à l'absorption moyenne des gravillons (2.75%) ainsi qu'une nouvelle livraison de sable alluvial de Moselle. Les teneurs en eau moyenne des granulats utilisés sont données dans le tableau suivant (tab. 93).

Tableau 93 : Teneurs en eau moyenne des granulats au cours de la seconde série de bétons (étude des effets de l'incorporation des kieselguhrs)

Ga 8/20 n°4	Sm	Sb
1.2 %	1 %	6 %

6.5.1.2 – Mesures envisagées

On cherche à mesurer l'impact de l'ajout des kieselguhrs, tant sur les propriétés des gâchées fraîches de béton que sur les performances mécaniques des bétons durcis. Les propriétés à l'état frais sont étudiées à 7, 15, 30 minutes et 1 heure après le début du malaxage. On considère qu'il s'agit là du temps normal écoulé entre la fabrication en centrale et la livraison, voire même la mise en place du béton. Ces données sont essentiellement des mesures de maniabilité (affaissement au cône ou étalement Graf) et les données habituelles telles que la masse volumique et le volume d'air occlus.

Durant l'intervalle de temps qui sépare deux séries de mesures consécutives, le béton est conservé au repos dans le malaxeur et la cuve est recouverte par une bâche afin de limiter une éventuelle dessiccation de la gâchée. Elle est malaxée à nouveau (pendant 30sec. à 1 minute) avant chaque série de mesures.

Les propriétés mécaniques sont étudiées à l'échéance caractéristique de 28 jours et dans le long terme, 150 ou 230 jours suivant les cas. Pour chaque gâchée, deux éprouvettes ont été cassées en résistance en compression, et une en compression par fendage (essai brésilien). La quatrième éprouvette de chaque lot a été conservée pour être cassée à longue échéance (cf. § 66). La relative fiabilité de l'essai de compression, en utilisant des boîtes à sable (cf. § 6134), nous autorise à envisager l'obtention de valeurs basées sur deux éprouvettes (dans la mesure où les résultats sont centrés), voire une seule éprouvette. Il est évident que les valeurs calculées à partir d'un seul essai sont destinées à donner un ordre de grandeur plutôt qu'une donnée précise.

Les essais en traction sur une seule éprouvette sont, par contre, beaucoup plus sujet à caution

On s'intéresse également aux éventuels changements d'aspect des éprouvettes lors du décoffrage ainsi qu'à la comparaison des modules d'élasticité des différents bétons obtenus (à titre indicatif, compte tenu du fait que ces essais ont été menés sur des demi-éprouvettes ayant subi l'essai de fendage).

Les essais utilisés pour effectuer les mesures sont ceux déjà décrits (cf. § 613) lors de la précédente formulation de bétons de grès.

6.1.2. Résultats des essais réalisés avec le ciment CEM III

6.5.2.1 – Formulation d'un B25

L'utilisation de la fiche expérimentale (§ 612) a permis de fabriquer des gâchées relativement homogènes, ce qui rend possible l'interprétation directe des résultats obtenus sur les bétons frais. Pour ce qui est des résultats relatifs aux résistances mécaniques en compression, la prise en compte du volume d'air occlus, de chaque gâchée, permet toutefois d'affiner les résultats et leurs interprétations. En effet, le volume d'air occlus contenu dans un béton modifie la résistance en compression de ce dernier, de manière sensible.

Les résultats des mesures de maniabilité réalisées sur les cinq formules de bétons frais sont reportés dans la figure 131 et le tableau suivant (tab 94).

Tableau 94 : Evolution de la maniabilité des bétons de kieselguhrs au cours du temps,
B25-CEM III

%D2	0		5		10		15		25	
t (min.)	A	G	A	G	A	G	A	G	A	G
7	17.4	50.0	18.1	48.0	17.6	49.5	18.0	49.5	18.6	49.5
15	14.0		15.4		14.6		13.4		16.6	
30	12.6	41.0	14.5		13.9		12.7		13.4	
60	9.8	38.0	11.8	45.5	11.2	45.5	10.4	44.0	12.3	45.5

A désigne l'affaissement au cône d'Abrams (cm)

G désigne l'étalement Graf (cm)

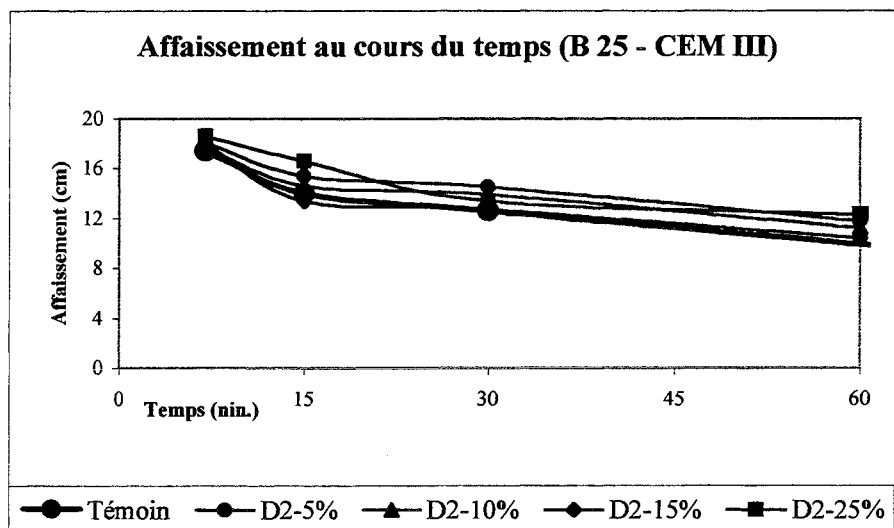


Figure 131 : Variation de l'affaissement au cône d'Abrams au cours du temps, pour le béton témoin et quatre bétons différemment dosés en kieselguhrs.

Par comparaison au béton témoin, on remarque que l'adjonction de 5 à 25% de kieselguhr dans les bétons n'engendre pas de modification significative de la maniabilité.

Au sens de la règle de Lyse, cette même maniabilité entre les différentes gâchées traduit la présence d'un volume d'eau efficace identique. Les calculs concernant les ajouts de kieselguhrs à propos des quantités d'eau apportée, absorbée et restante sont donc correctes. Cela signifie aussi que la valeur (35%) de l'absorption des kieselguhrs D2 déterminée par « évaporation d'eau » est valable et que le procédé est pertinent.

On constate également que les maniabilités respectives des différents bétons varient de la même façon au cours du temps. La maniabilité diminue rapidement durant le premier quart d'heure qui suit le début du malaxage, puis diminue plus lentement ensuite.

Ce phénomène met hors de cause les kieselguhrs car il concerne de façon rigoureusement identique le béton témoin et les essais. Il serait donc plutôt lié à un manque de stabilité de l'adjuvant BV dans le temps, déjà mis en évidence lors des essais qui ont été menés sur les coulis de ciment CEM III (cf. § 2431). Cette diminution de la maniabilité peut également se justifier par une diminution du volume d'eau efficace présent dans la gâchée, en raison de l'absorption des gravillons qui n'est pas satisfaite (teneur en eau de Ga 8/20 n°4 proche de 1.2%).

Le volume d'air occlus et la masse volumique réelle des gâchées ont été mesurées en pesant les éprouvettes de béton frais. Les résultats figurent dans le tableau suivant (tab. 95).

Tableau 95 : Air occlus (a) et masse volumique réelle (ρ_r) des bétons de kieselguhrs, B25-CEM III

% D2	a (l)	ρ_r (kg/m ³)
0	29.0	2205
5	31.8	2194
10	29.5	2194
15	28.4	2193
25	26.7	2186

L'incorporation des kieselguhrs dans les bétons ne modifie guère le volume d'air occlus. La baisse continue de 29 litres à 26.7 engendrée par une augmentation de la teneur en kieselguhr de 5 à 25%, est une tendance qui ne se confirme pas par la suite.

Quant à la masse volumique, elle baisse d'une dizaine de kilogrammes, ce qui est normal car les kieselguhrs ont une faible masse volumique.

Les résultats des essais mécaniques bruts en compression et en traction sont regroupés dans le tableau suivant (tab. 96). Afin d'apprécier plus facilement l'impact des kieselguhrs on a également déterminé les résistances relatives en compression ($R_{c \text{ rel.}}$) et en traction ($R_{t \text{ rel.}}$) exprimées par rapport à la résistance du témoin.

Tableau 96 : Valeurs de résistance en compression (R_{c28}) et par fendage (R_{t28}) des bétons de kieselguhrs, B25-CEM III

% D2	R_{c28}	$R_{c \text{ rel.}}$	R_{t28}	$R_{t \text{ rel.}}$
0	22.98	1.000	1.98	1.000
5	22.54	0.981	2.05	1.035
10	23.01	1.001	2.24	1.131
15	24.20	1.053	2.61	1.318
25	24.28	1.057	2.53	1.278

On remarque tout d'abord que le béton témoin n'a pas atteint la résistance caractéristique souhaitée en raison de problèmes déjà évoqués à plusieurs reprises (cf. § 642). Les difficultés rencontrées au niveau de la caractérisation précise de l'absorption et du taux de saturation des gravillons ne permettent pas de maîtriser avec une précision suffisante le volume d'eau efficace, d'où des bétons trop fluides et moins résistants.

Cependant, le béton témoin et les essais sont parfaitement comparables puisqu'ils ont été confectionnés en même temps, avec les mêmes gravillons, dosés à volume constant. L'erreur se reproduit donc identique à elle-même dans les différentes gâchées.

Une première comparaison des résistances relatives des essais et du béton témoin indiquent que les kieselguhrs dosés à 5 ou 10% n'apportent pas de résistance mécanique en compression tandis que des dosages plus élevés, 15 et 25% entraînent un petit gain de résistance.

Les effets des kieselguhrs se font en revanche beaucoup plus ressentir au niveau de la résistance en traction qui augmente continuellement avec la proportion de kieselguhrs, pour gagner jusqu'à 28 % de résistance supplémentaire.

6.5.2.2 – Formulation d'un B35

Le principe et le contexte expérimental sont les mêmes que pour l'élaboration du B25. Les résultats obtenus pour la maniabilité des propriétés fraîches de cette nouvelle série de cinq gâchées sont reportés dans la figure 132 et le tableau suivant (tab. 97).

Tableau97 : Evolution de la maniabilité des bétons de kieselguhrs au cours du temps,
B35-CEM III

%D2	0		5		10		15		25	
t (min.)	A	G	A	G	A	G	A	G	A	G
7	20.0	50.5	17.1	49.0	18.5	49.0	16.7	46	16.8	47.5
15	16.0		15.2		15.1		11.7		12.8	
30	14.2		14.0		12.7		11.1		10.0	
60	11.6	45.5	11.7	45.0	10.6	44.5	9.2	41.5	9.5	43.0

A désigne l'affaissement au cône d'Abrams (cm)

G désigne l'étalement Graf (cm)

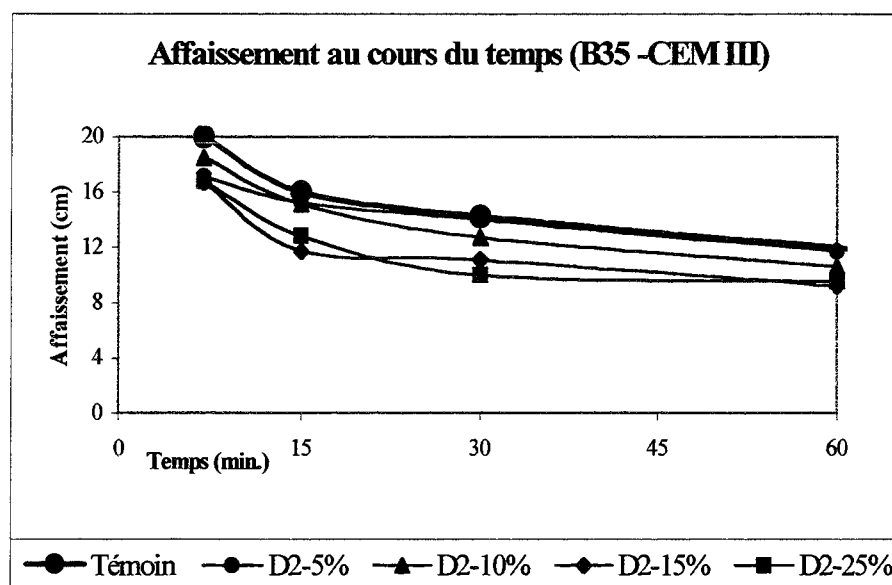


Figure 132: Variation de l'affaissement au cône d'Abrams au cours du temps, pour le béton témoin et quatre bétons différemment dosés en kieselguhrs.

Globalement, on observe des comportements similaires aux gâchées précédentes, mais dans le cas présent, les gâchées des essais sont plus fluides que le témoin. Sur ce point, il est cependant difficile de mettre en cause un quelconque effet des kieselguhrs, car dans les B25 précédents, les essais étaient plus fermes.

On est donc pas en mesure d'affirmer que les kieselguhrs ne modifient pas la maniabilité.

La baisse de l'affaissement au cours du temps (diminution de 10 cm au cône d'Abrams) est très comparable au cas précédent, et doit provenir des même causes (cf. § 6521)

Pour ce qui est du volume d'air occlus et de la masse volumique réelle des gâchées (tab. 98) les remarques faites pour les bétons B25 - CEM III sont toujours applicables : les kieselguhrs n'ont pas d'influence sur le volume d'air occlus, et ils permettent de diminuer la masse volumique des bétons.

Le faible volume d'air (24 litres) associé à une forte masse volumique sont probablement liés à des conditions de serrage du béton, un peu trop fortes.

Tableau 98 : Air occlus (a) et masse volumique réelle (ρ_r) des bétons de kieselguhrs, B35-CEM III

% D2	a (l)	ρ_r (kg/m ³)
0	30.9	2211
5	30.6	2206
10	32.1	2197
15	23.9	2210
25	30.6	2183

Les valeurs des essais mécaniques en compression des essais (tab. 99) indiquent, en première approximation, des gains de résistance non négligeables par rapport au béton témoin.

Les résistances en traction par fendage des bétons incorporant des kieselguhrs (tab. 99) enregistrent au contraire une baisse importante par rapport au témoin (jusqu'à 11%). Avec un dosage élevé en kieselguhr la résistance en traction augmente tout de même de près de 8%.

En tout état de cause, il est nécessaire de relativiser les essais de résistance mécanique en traction dans la mesure où ils sont calculés à partir d'une seule valeur. Les essais de résistance en compression bénéficient, au contraire, d'une meilleure fiabilité car la méthode (utilisation de boîtes à sable) a montré qu'elle permettait d'obtenir des valeurs assez centrées (cf. § 6134).

Tableau 99 : Valeurs de résistance en compression et par fendage à 28 jours des bétons de kieselguhrs, B35-CEM III

% D2	R_{c28}	$R_{rel\ brute}$	R_{t28}	$R_{rel\ brute}$
0	30.45	1.000	3.04	1.000
5	31.44	1.033	2.67	0.878
10	31.19	1.024	2.65	0.872
15	33.23	1.091	2.69	0.885
25	33.08	1.086	3.27	1.076

6.1.3. Etude complémentaire des bétons formulés avec le CEM III

6.5.3.1 - Résistance en compression

Concernant les bétons à l'état durcis, on peut faire remarquer dès à présent que la peau des éprouvettes de béton B25 et B35-CEM III contenant des kieselguhrs ne présentent pas de signes particuliers par rapport aux éprouvettes des bétons témoins.

Une première étude des résistances mécaniques a été réalisée dans les deux précédents paragraphes. De façon analogue à l'étude qui a été menée sur les mortiers (cf. § 455), on se propose de reprendre les valeurs brutes des résistances mécaniques en compression pour les étudier dans un même référentiel.

L'étude est effectuée en deux temps. A partir des dosages réellement effectués, au moment de la confection des bétons, on ajuste d'abord toutes les formules au m³ comme on l'a déjà fait pour certains bétons et les mortiers (cf. § 455 et 634). Puis pour chaque série de béton, les dosages effectifs au m³ précédemment établis vont servir à rechercher les résistances

mécaniques théoriques de chacune des gâchées. Pour cela, on étalonne d'abord la loi de Féret, dont on calcule (relations n° 4- 6 et 4- 7, § 452) le coefficient K, à partir des propriétés du béton témoin. En gardant constante la valeur de K, on calcule ensuite la résistance théorique de chaque essais. Cette résistance calculée tient compte des volumes effectifs du ciment, de l'eau et de l'air occlus, mais permet de s'affranchir des effets de l'incorporation des kieselguhrs.

Le rapport (appelé gain de résistance ou résistance relative) entre la résistance (R_{c28}) du béton d'essais réellement effectué et la résistance théorique ($R_{c\text{ théo}}$) de ce même béton sans kieselguhr permet d'évaluer directement les effets des kieselguhrs au niveau de la résistance en compression des bétons.

Les dosages effectifs (parfois donnés en masse pour une meilleure lisibilité) des B25 et B35 à base de CEM III, et les calculs qui en découlent sont reportés dans les deux tableaux suivants (tab. 100 et tab. 101) et la figure 133.

Tableau 100 : Formules effectives et gains théoriques de résistance en compression des bétons B25-CEM III

% D2	C	D	E eff	E/C	s+g	a	R_{c28}	$R_{c\text{ théo}}$	R_{rel}
	<i>kg/m³</i>	<i>kg/m³</i>	<i>l</i>		<i>l</i>	<i>l</i>	<i>MPa</i>	<i>MPa</i>	<i>%</i>
0	265	0.0	200	0.755	685	29.0	22.98	22.98	1.000
5	264	4.8	199	0.755	679	31.8	22.54	22.57	0.999
10	265	9.5	200	0.756	676	29.5	23.01	22.84	1.007
15	265	14.6	200	0.755	673	28.4	24.20	23.15	1.045
25	266	24.2	201	0.756	665	26.7	24.28	23.24	1.045

Tableau 101 : Formules effectives et gains théoriques de résistance en compression des bétons B35-CEM III

% D2	C	D	E eff	E/C	s+g	a	R_{c28}	$R_{c\text{ théo}}$	R_{rel}
	<i>kg/m³</i>	<i>kg/m³</i>	<i>l</i>		<i>l</i>	<i>l</i>	<i>MPa</i>	<i>MPa</i>	<i>%</i>
0	325	0.0	200	0.615	664	30.9	30.45	30.45	1.000
5	325	5.9	200	0.615	659	30.6	31.44	30.51	1.031
10	325	11.7	200	0.615	653	32.1	31.19	30.23	1.032
15	327	18.0	201	0.615	653	23.9	33.23	31.80	1.045
25	325	29.6	200	0.615	638	30.6	33.08	30.51	1.084

L'ajustement² des formules effectives au m³ permet de constater que, mis à part la quantité variable de kieselguhrs, les dosages sont homogènes au sein des deux séries. Cependant, il est fort probable que ces formules sont encore entachées d'une certaine erreur, en sous estimant notamment le volume d'eau efficace. Le problème a déjà été abordé à plusieurs reprises (cf § 642) et cela ne remet pas pour autant en cause les comparaisons entre les gâchées d'une même série (cf. § 6521).

Les résistances relatives, exprimées par rapport au témoin ne changent guère de celles déjà exprimées sans correction . Elles sont néanmoins plus conformes à la réalité, comme dans le cas du B35 dosé à 15% de kieselguhrs qui présentait un résistance élevée en raison d'un faible volume d'air.

² Cet ajustement tient compte de nombreux paramètres comme l'absorption et la teneur en eau. Dans les conditions d'un gravillon sec, il est apparu que ces valeurs moyennes ne correspondent pas forcément à la réalité (cf. § 6414).

Elles confirment que dans les deux cas de figure, B25 et B35, il est préférable d'avoir un dosage à 10 ou 15% de kieselguhrs pour gagner en résistance en compression. Un dosage plus faible n'a que peu d'intérêt pour les performances mécaniques.

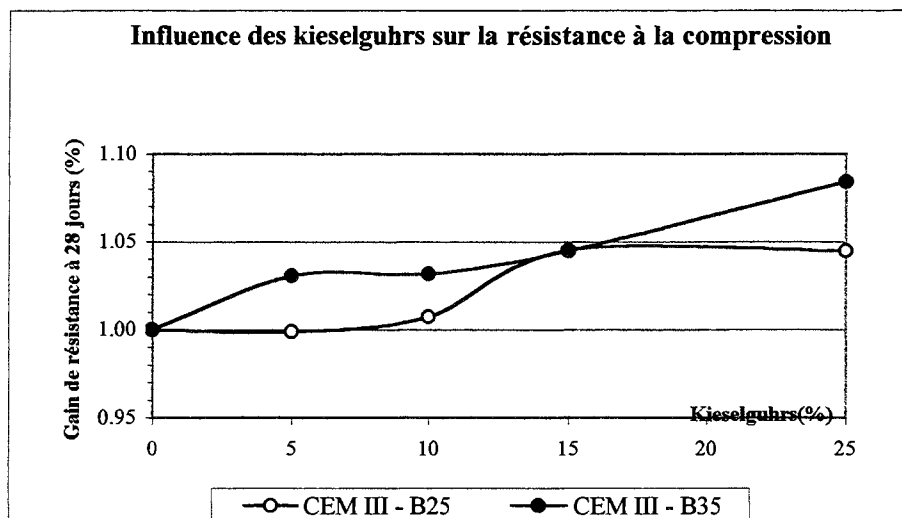


Figure 133 : Evolution de la résistance relative en compression des bétons, par rapport au témoin, en fonction du dosage en kieselguhrs.

6.5.3.2 - Module d'élasticité

On s'est également intéressé à quantifier les modules de Young des différentes formules de béton. Ce module correspond à la pente de la droite dans un repère de « contrainte – déformation », pour une valeur de la contrainte inférieure à 60% de la contrainte de rupture. Il traduit l'aptitude à se déformer que possède un béton.

Le module d'élasticité se mesure généralement avec un essai d'extensométrie en compression, mais il est également possible de l'approcher par des mesures de la propagation du son dans les matériaux étudiés. Dans ce second cas, on l'appelle module d'élasticité dynamique, E_d , et la relation suivante permet de le calculer (Dupain et al, 1995) :

$$E_d = V^2 \rho_r \frac{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}{1 - \nu} \quad (6-28)$$

Où : E_d , est le module d'élasticité dynamique (Pa)
 V , est la vitesse longitudinale du son dans le béton (en m/s),
 ρ_r , est la masse volumique réelle du béton (kg/m^3),
 ν , est le coefficient de Poisson.

Le coefficient de Poisson caractérise le rapport entre les déformations relatives de l'éprouvette dans le sens longitudinal et celles dans le sens transversal, pour une contrainte longitudinale donnée.

La valeur du coefficient de Poisson varie suivant l'âge des bétons, de 0.30 pour un béton jeune à 0.15 pour un béton mature (Dupain et al, 1995). D'autres auteurs proposent de prendre la valeur de 0.2 dans le cas des BHP.

On a décidé de prendre le coefficient de Poisson égal à 0.2, valeur relativement proche de celle des bétons matures, sachant qu'au moment de l'étude les éprouvettes avaient quatre mois et demi environ.

L'étude a été menée sur les demi-éprouvettes issues des essais de traction par fendage, conservées hors de l'eau depuis les essais mécaniques à 28 jours. Les mesures de propagation des ultrasons sont réalisées entre les sections opposées de l'éprouvette, parallèlement à l'une de ses génératrices. Le calcul de la propagation du son, tient compte de la distance réelle de parcours (proche de 32 cm) mesurées sur les éprouvettes, et chaque valeur est la moyenne de trois essais.

Les résultats des essais réalisés sur les éprouvettes des bétons B25 et B 35 – CEM III figurent dans le tableau suivant (tab. 102) et sont reportés dans le graphe suivant (fig. 134).

Tableau 102 : Module d'élasticité de Young, E_d , des différents bétons B25-CEM III

% D2	CEM III – B25			CEM III – B35		
	Rc ₂₈	V son	E	Rc ₂₈	V son	E _d
	MPa	m/sec	GPa ⁽¹⁾	MPa	m/sec	GPa ⁽¹⁾
0	22.98	3914	30.4	30.45	4089	33.3
5	22.54	3926	30.4	31.44	4038	32.4
10	23.01	3891	29.9	31.19	3975	31.2
15	24.20	3867	29.5	33.23	4013	32.0
25	24.28	3867	29.4	33.08	3951	30.7

1 GPa = 10³ MPa = 10⁹ Pa

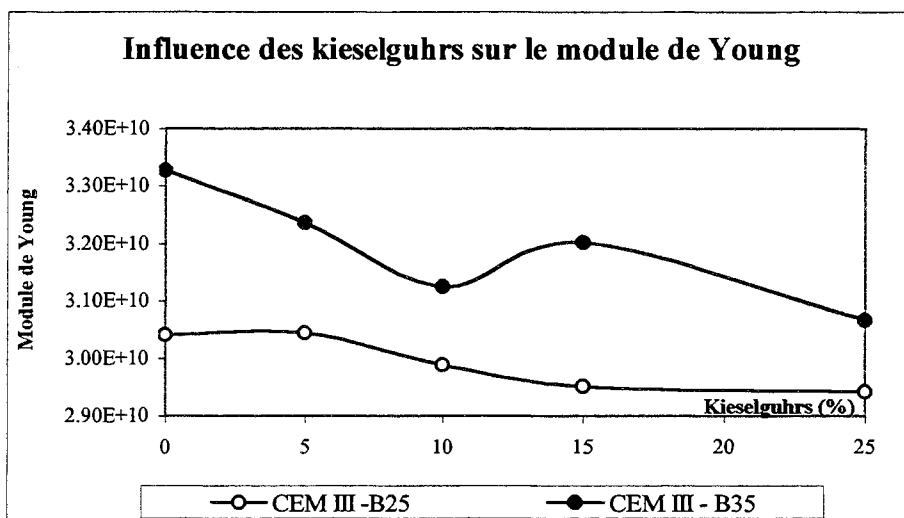


Figure 134 : Evolution du module de Young (en Pa) des bétons, par rapport au témoin, en fonction du dosage en kieselguhrs.

L'incorporation de kieselguhrs dans les formules de béton précédentes a permis de faire diminuer le module d'élasticité dynamique et cette baisse est bien plus sensible pour le B35 (baisse de 2.6 GPa) que pour le B25 (baisse de 1.0 GPa).

La diminution du module d'élasticité dynamique s'explique, au niveau du calcul, par des masses volumiques des bétons plus faibles en raison de l'incorporation des kieselguhrs ($\rho_a=2.1 \text{ t/m}^3$). Elle s'explique aussi, au niveau des mesures expérimentales, par des vitesses de propagation des ultrasons plus faibles.

Sur le plan mécanique, la baisse du module indique que les bétons se déforment plus lorsqu'ils sont soumis à une contrainte ; ils sont, par conséquent, moins fragiles mais aussi plus sensibles à la déformation et au fluage. Cette plus grande élasticité pourrait être liée à de moins bonnes performances mécaniques en compression, or il se produit exactement l'inverse.

L'incorporation des kieselguhrs dans des bétons entraîne effectivement une faible augmentation sensible de la résistance en compression et diminue le module d'élasticité des bétons. Ces améliorations sont d'autant plus marquée que le dosage en kieselguhr est fort. C'est peut être la raison pour laquelle les effets des kieselguhrs sont plus accentués pour le B35 (de 5.9 à 29.6 kg de kieselguhrs par m³) que pour le B25 (de 4.8 à 24.2 kg de kieselguhrs par m³).

6.1.4. Essais réalisés à partir d'un ciment CEM I

Ces essais réalisés avec le ciment CEM I, riche en clinker, ont été réalisés dans le but de détecter d'éventuelles différences liées à l'importante quantité de chaux (potlandite) libérée lors de l'hydratation du clinker.

Les formulations et les essais sont en tous points identiques à ce qui a été fait avec le CEM III. On a simplement changé de qualité de ciment, sachant que les ciments CEM I et CEM III ont des propriétés intrinsèques voisines (compacité, granulométrie proches, résistance caractéristique).

6.5.4.1 - Formulation d'un B25

Les formules de B25-CEM I ont uniquement été étudiées à l'état frais et à longue échéance. Les éprouvettes ont été moulées, mais n'ont pu être étudiées à l'échéance de 28 jours. Les essais mécaniques ne portent donc que sur la résistance à long terme (150 jours).

Les valeurs des essais ayant trait à la maniabilité des gâchées, leurs masses volumiques et leurs volumes d'air occlus respectifs sont reportés dans les deux tableaux (tab. 103 et 104) et la figure (fig. 135) qui suivent.

Tableau 103: Evolution de la maniabilité au cours du temps des bétons B25-CEM I

%D2	0		5		10		15		25	
t (min.)	A	G	A	G	A	G	A	G	A	G
7	20.6	54.5	20.0	55.0	22.6	55.0	21.6	55.0	20.0	51.5
15	18.0		17.6						17.1	
30	16.6		15.9		18.6		19		16.1	
60	13.6	48.5	15.2	44.5	15.5	45.0	15.5	47.0	12.8	44.5

A désigne l'affaissement au cône d'Abrams (cm)

G désigne l'étalement Graf (cm)

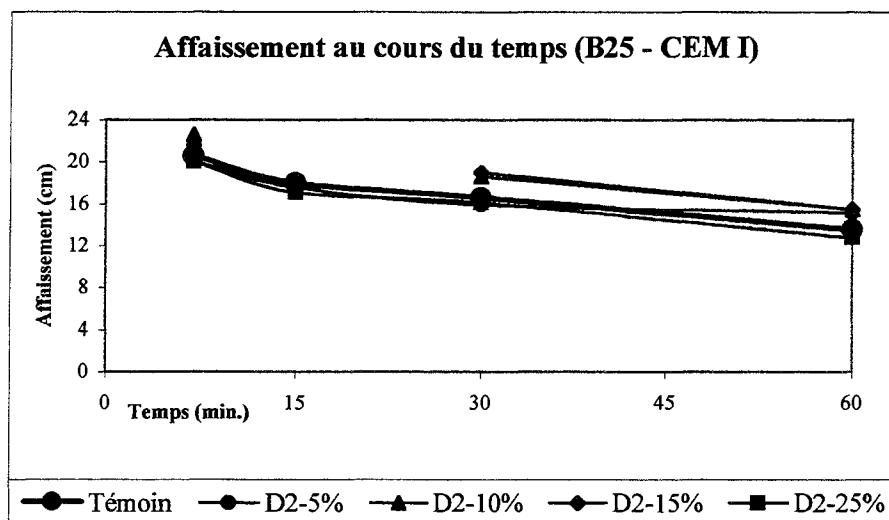


Figure 135 : Variation de l'affaissement au cône d'Abrams au cours du temps, pour le béton témoin et quatre bétons différemment dosés en kieselguhrs.

Le changement de ciment entraîne des gâchées plus fluides que celles obtenues avec le ciment CEM III.

Par contre, on observe toujours un net raffermissement des gâchées de béton au cours du temps, bien plus prononcé pendant le premier quart d'heure qui suit le début du gâchage. Son amplitude est comparable à celles déjà mesurées précédemment (diminution de la valeur de l'affaissement d'environ 7 cm en 50 minutes).

Les raisons de ce phénomène semblent toujours être dues à l'adjuvant et à une absorption d'eau de la part du gravillon.

Tableau 104 : Air occlus (a) et masse volumique réelle (rr) des bétons B25-CEM I

% D2	a (l)	ρ_r (kg/m ³)
0	7.4	2254
5	7.3	2250
10	1.8	2258
15	5.6	2245
25	7.9	2231

Les volumes d'air sont bien plus faibles que dans le cas des gâchées de béton précédentes (CEM III) et demeurent homogènes dans l'ensemble, si on exclut une valeur manifestement aberrante (1.8 l d'air occlus).

Ces faibles volumes d'air occlus s'expliquent par la grande fluidité du béton (cf. relation n° 6-23, § 634) qui permet une élimination rapide de l'air lors du moulage de l'éprouvette.

D'autre part, l'adjonction de kieselguhrs entraîne une diminution logique de la masse volumique allant jusqu'à 20 kg/m³.

6.5.4.2 - Formulation d'un B35

La démarche est identique à celle adoptée pour les formules de béton précédentes. Comme précédemment, les mesures caractéristiques de la maniabilité des gâchées au cours du temps sont reproduites dans le tableau suivant (tab. 105) et sont représentées graphiquement (fig132).

Tableau 105 : Evolution de la maniabilité au cours du temps des bétons B35-CEM I

%D2	0		5		10		15		25	
t (min.)	A	G	A	G	A	G	A	G	A	G
7	23.0	55.0	Tp liquide.	57.5	21.6	53.0	21.1	54.0	20.6	50.0
15									16.8	
30	16.0		18.2		15.8		16.2		13.2	
60	9.2	44.0	15.9	48.0	11.1	43.5	9.6	45.0	8.5	41.5

A désigne l'affaissement au cône d'Abrams (cm)

G désigne l'étalement Graf (cm)

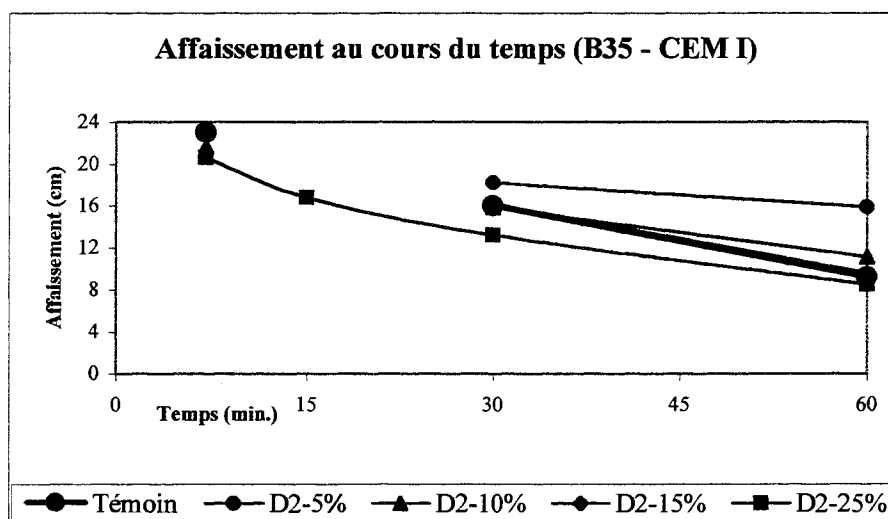


Figure 136 : Variation de l'affaissement au cône d'Abrams au cours du temps, pour le béton témoin et quatre bétons différemment dosés en kieselguhrs.

Les résultats et les conclusions que l'on peut en tirer sont globalement identiques à ceux obtenus pour la gâchée précédente B25-CEM I. Ils les confirment par la même occasion.

La baisse de maniabilité est plus élevée dans le cas présent (diminution de la valeur de l'affaissement d'environ 11 cm en 50 minutes) que dans le cas de la gâchée B25 – CEM I, ce qui s'explique par les teneurs en eau respectives des gravillons des deux gâchées. En effet, les gravillons utilisés dans les gâchées des bétons B25 – CEM I avaient une teneur en eau plus élevée que la moyenne (2% contre 1.2%), et ont donc absorbé moins d'eau.

On observe la diminution habituelle de la masse volumique (20 kg/m^3 pour un dosage de 25% de kieselguhr) et une tendance à la baisse du volume d'air occlus (-30%) lorsque le dosage en kieselguhr augmente (cf. tab 106). Cette diminution du volume d'air occlus n'est pourtant pas corrélée avec les mesures faites sur les autres séries d'essais.

Tableau 106 : Air occlus (a) et masse volumique réelle (pr) des bétons de kieselguhrs
B35-CEM I

% D2	a (l)	pr (kg/m ³)
0	15.6	2246
5	14.4	2243
10	11.4	2244
15	13.7	2233
25	11.0	2227

Dans le tableau suivant (tab. 107) figurent les valeurs de résistance en compression et à la traction directement obtenues à partir des contraintes de rupture, et les résistances relatives (ou gains) brutes calculées par rapport à la résistance du témoin.

Tableau 107 : Valeurs de résistance en compression (R_{c28}) et par fendage (R_{t28}) des bétons de kieselguhrs, B35-CEM I

% D2	R_{c28}	Gain brut	R_{t28}	Gain brut
0	36.37	1.000	3.73	1.000
5	33.55	0.9225	3.01	0.8070
10	37.66	1.0355	3.47	0.9303
15	37.11	1.0203	3.11	0.8338
25	40.47	1.1127	3.85	1.0322

L'incorporation d'un dosage élevé de kieselguhr (25%) dans les bétons permet d'améliorer sensiblement la résistance en compression (+11%).

Par contre cette hausse n'a pas lieu dans tous les cas puisque des dosages moins prononcés (10 et 15%) apportent relativement peu de résistance (2 à 3 % supplémentaires). Un faible dosage (5% de kieselguhr) est même responsable d'une perte non négligeable de résistance (-8%).

Les résistances en traction par fendage sont un peu le corollaire des résistances en compression. Seul un fort dosage en kieselguhr permet d'enregistrer une hausse (relativement faible) de la résistance en traction. Les autres dosages occasionnent une baisse sensible de la résistance (jusqu'à 20% de perte de résistance).

6.5.5. Etude complémentaire des bétons formulés avec le CEM I

Comme précédemment, on ne remarque pas non plus de différence entre la peau des éprouvettes (durcies) des bétons incorporant des kieselguhrs et celle des bétons témoins.

On peut toutefois remarquer que lors de leur conservation dans la piscine ces éprouvettes, contenant du ciment CEM I et des kieselguhrs pour la majeure partie d'entre elles, n'ont pas libéré de la chaux en quantité suffisante pour qu'une pellicule de carbonate de calcium se forme à la surface de l'eau. C'était pourtant le cas des éprouvettes des bétons destinés à l'étude du rapport s/g, confectionnées avec le même ciment CEM I. Le fort excès de chaux libérée par les bétons dans l'eau de la piscine de conservation réagissait au contact du dioxyde de carbone atmosphérique pour précipiter du carbonate de calcium.

L'ajout de kieselguhrs dans les bétons de CEM I peut donc s'avérer bénéfique pour fixer (en partie du moins) un surplus de chaux et limiter ainsi d'éventuelles traces de laitances qui pourraient survenir à la surface du béton.

Pour ce qui concerne le B35-CEM I, le principe de l'étude est rigoureusement identique à ce qui a déjà été fait avec les bétons de CEM III. On recherche les résistances théoriques de chacune des gâchées qui permettent finalement d'estimer l'impact réel des kieselguhrs. Dans un deuxième temps, on s'intéresse à l'évolution du module d'élasticité dynamique (module de Young).

6.5.5.1 - Résistance en compression (B35-CEM I)

Les dosages en ciment, kieselguhr, eau efficace, granulat ainsi que le volume d'air occlus ont été ajustés au m^3 et sont donnés dans le tableau suivant (tab 108), tout comme les résistances mécaniques en compression, expérimentales et théoriques. Elles permettent ainsi de définir les résistances relatives des gâchées d'essais.

Tableau 108 : Formules effectives et gains théoriques de résistance en compression B35-CEM I

% D2	C	D	E eff	E/C	s+g	a	R _{C28}	R _{c théo}	R _{rel}
	kg/m ³	kg/m ³	l		l	l	MPa	MPa	%
0	330	0.0	203	0.615	674	15.6	36.37	36.37	1.000
5	331	6.0	203	0.615	670	14.4	33.55	36.65	0.916
10	332	11.9	204	0.615	667	11.4	37.66	37.34	1.009
15	330	18.2	203	0.615	660	13.7	37.11	36.80	1.008
25	332	30.2	204	0.615	651	11.0	40.47	37.40	1.082

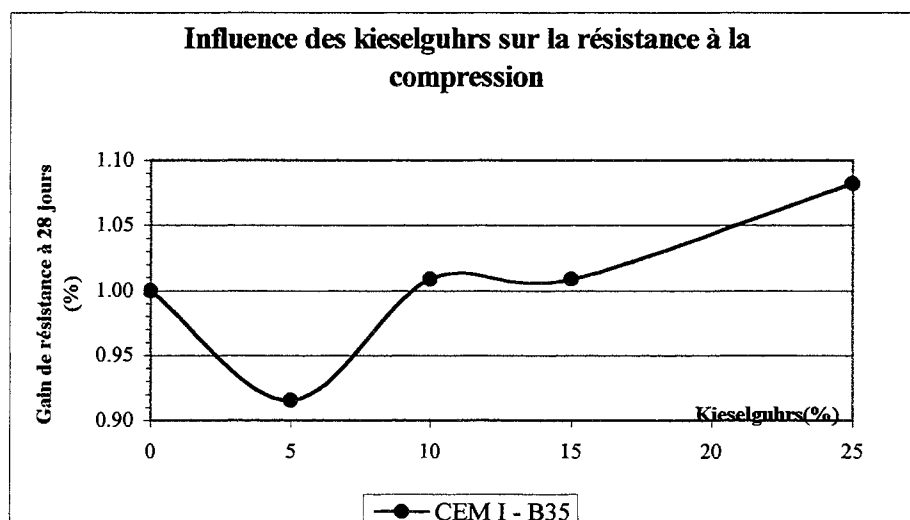


Figure 137 : Evolution de la résistance relative en compression des bétons, par rapport au témoin, en fonction du dosage en kieselguhrs.

Les résistances relatives ajustées renforcent la tendance déjà évoquée au niveau des données brutes, à savoir un apport de résistance appréciable (8%) pour un dosage important en kieselguhrs et un apport quasi négligeable pour des dosages de l'ordre de 10 à 15%.

6.5.5.2 - Module de Young (B35-CEM I)

Les essais ont été menés dans les mêmes conditions que ceux réalisés sur les bétons de CEM III, et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant (tab. 109) et représentés dans la figure 138.

Tableau 109 : Module de Young, E_d , des bétons B35 CEM I

% D2	R_{c28}	V son	E_d
	MPa	m/sec	GPa
0	36.37	4089	33.8
5	33.55	4051	33.1
10	37.66	4025	32.7
15	37.11	4013	32.4
25	40.47	4025	32.5

1 GPa = 10^3 MPa = 10^9 Pa

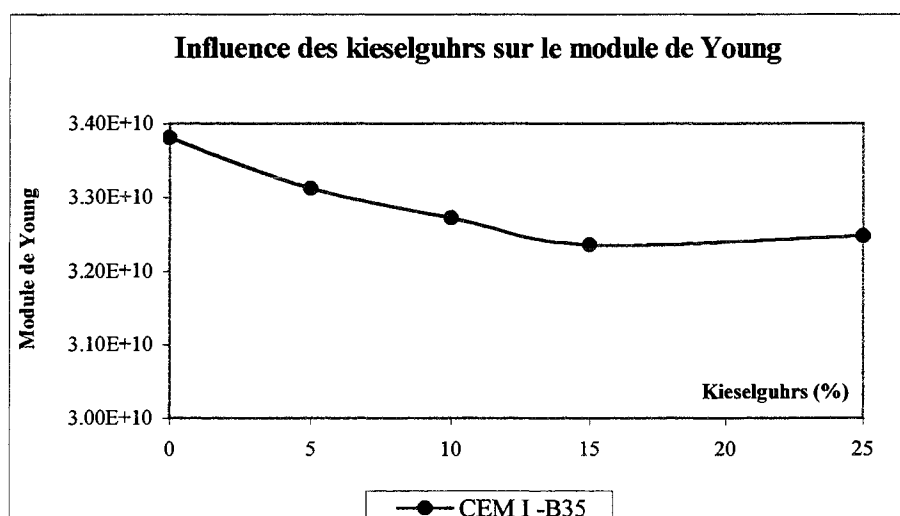


Figure 138 : Evolution du module d'élasticité dynamique des bétons, en fonction du dosage en kieselguhrs.

On constate une baisse du module d'élasticité dynamique, en fonction du dosage croissant en kieselguhrs. Elle est engendrée par une diminution de la masse volumique des bétons incorporant des kieselguhrs et aussi une atténuation de la vitesse de propagation des ultrasons. Du point de vue physique, cette diminution est surtout reliée à une augmentation du volume de pâte. La valeur du module diminue de 1.3 à 1.4 GPa pour un dosage de 25% de kieselguhrs, contre 1.0 et 2.6 GPa, respectivement pour les B25 – CEM III et B35 – CEM III au même dosage.

La diminution du module de Young, occasionnée par l'adjonction de kieselguhrs dans les bétons est donc plus sensible avec l'utilisation d'un ciment CEM III plutôt qu'avec l'utilisation d'un ciment CEM I.

6.1.6. Conclusion

Cette étude a permis de montrer que les kieselguhrs ne modifient pas, ou très peu, la maniabilité des bétons, du moins lorsqu'ils sont incorporés sous forme de pâte fluide et que l'on tient bien évidemment compte de l'eau qu'ils apportent réellement à la gâchée.

Les **mesures d'affaissement au cône et d'étalement Graf**, qui traduisent la maniabilité des mélanges frais, présentent une dérive importante au cours du temps. Elle n'est pas liée à l'ajout de kieselguhrs, mais résulte d'une atténuation des effets du plastifiant ainsi que d'une absorption partielle de l'eau de gâchage par les gravillons.

L'ajout de kieselguhrs n'engendre pas non plus de perturbations particulières au niveau de **l'air occlus**. On enregistre éventuellement une certaine tendance à la baisse, mais celle-ci n'est pas automatique et peu flagrante, sauf dans le cas du B35 (-30% du volume d'air). De plus, elle n'est pas dommageable à la qualité du béton et permettrait au contraire d'améliorer un peu sa résistance.

En ce qui concerne l'aspect de la peau du béton, les kieselguhrs n'ont entraîné aucune différence visible. Il est toutefois nécessaire de rappeler que le volume de kieselguhrs ramené au volume de béton n'est de l'ordre que de quelques pour-cent.

Si les kieselguhrs n'entraînent pas de modifications des propriétés fraîches précédentes, il n'en est pas de même pour les résistances mécaniques et les propriétés physiques.

Les kieselguhrs modifient en effet les **résistances en traction**. On pourrait s'attendre, comme dans le cas de la série de bétons B25 – CEM III, à une augmentation de la résistance en traction causée par l'augmentation de la proportion de fines. Cependant suivant les séries d'essais les évolutions ne suivent pas toutes la même logique. Finalement, la seule certitude que l'on ait est une augmentation certaine de la résistance pour un ajout de 25% de kieselguhrs dans les bétons.

L'évolution des **résistances en compression** en fonction du dosage en kieselguhrs suit la même logique d'une gâchée à l'autre. Pour un volume d'air occlus constant, on remarque trois cas de figure :

- Avec un faible dosage en kieselguhr (5%) les bétons peuvent gagner un peu de résistance, mais peuvent aussi en perdre (cas du B35 – CEM I).
- Un dosage un peu plus élevé, 10 à 15% de kieselguhrs, les bétons enregistrent une hausse modérée de la résistance (on gagne moins de 5%).
- Le dosage à 25% de kieselguhrs les bétons entraîne systématiquement une hausse sensible de la résistance comprise entre 5 et 8%.

Ces résultats montrent donc que les kieselguhrs permettent d'améliorer les performances mécaniques en compression par leur seule action pouzzolanique.

Parallèlement à une augmentation de la résistance en compression, les kieselguhrs engendrent également une diminution du **module de Young**, occasionnée par une augmentation du volume de pâte et une baisse de la masse volumique des bétons. Pour les plus forts dosages en kieselguhrs testés, les baisses sont de l'ordre de $0.1 \text{ à } 0.26 \cdot 10^{10} \text{ Pa}$.

L'amélioration des qualités des bétons (résistance à la compression, module de Young) occasionnées par les ajouts de kieselguhrs semble être légèrement plus marquée avec l'utilisation d'un CEM III. C'est un phénomène que l'on a déjà remarqué au cours des études menées sur les mortiers et que l'on avait attribué à la différence de composition chimique des ciments. Les réactions pouzzolaniques développées par les kieselguhrs auraient plus de mal à remplacer efficacement un CEM I riche en clinker plutôt qu'un ciment composé CEM III.

Un des atouts de l'emploi des kieselguhrs avec le CEM I demeure cependant la consommation d'une partie de la chaux excédentaire libérée par l'hydratation du clinker (cf. § 462). Il peut s'agir d'un moyen efficace pour limiter, voire empêcher l'apparition d'efflorescences à la surface des bétons.

En définitive, le meilleur dosage semble être le plus élevé, c'est-à-dire une adjonction de 25% de kieselguhrs. Il apporte automatiquement une meilleure résistance pour une masse volumique moindre. Les dosages plus faibles (10 ou 15%) sont aussi envisageables, mais n'apportent pas des qualités constantes, au niveau des expériences qui ont été menées. Ils sont toutefois intéressants dans la mesure où ils permettent une élimination des kieselguhrs usagés sans pour autant amoindrir les qualités des bétons.

Ces renseignements établis à partir d'un nombre limité d'éprouvettes permettent d'obtenir des informations assez homogènes. Dans l'optique d'une exploitation industrielle du procédé, il serait toutefois recommandé de mener une étude statistique complémentaire afin d'affiner les données concernant les propriétés mécaniques (sur ces formules ou d'autres préalablement fixées).

6.6. RESISTANCE A LA COMPRESSION A MOYEN ET LONG TERME

Au cours de l'étude des mortiers, on a vu que les effets des diatomites et des perlites se font essentiellement ressentir sur la résistance en compression au bout d'une dizaine de jours (cf. § 454). Ce phénomène lié à l'ajout des pouzzolanes (et non à l'activation normale du laitier), est bien marqué dans le cas de l'utilisation de ciment CEM III et ne se fait quasiment plus ressentir avec le ciment CEM I.

Après avoir étudié les répercussions des kieselguhrs sur la résistance mécanique des bétons à l'échéance conventionnelle de 28 jours, on a cherché à caractériser une nouvelle fois ces répercussions à plus longue échéance. Les bétons B25 – CEM III, B35 – CEM III et B35 – CEM I ont été testés à l'échéance de 210 jours, tandis que le béton B25 – CEM I a été testé à l'échéance de 150 jours, pour des raisons techniques.

Les valeurs des résistances en compressions qui suivent, ne sont établies qu'à partir d'une seule éprouvette de béton, conservée (immersion dans de l'eau maintenue à 20°C) et cassée dans les conditions habituelles. Il est donc indispensable de rester prudent avec ces valeurs qui permettent de donner un ordre de grandeur, mais pas obligatoirement une valeur précise (apportée par une ou deux valeurs supplémentaires).

6.6.1. Essais réalisés à 150 jours

Comme indiqué plus haut, les essais mécaniques en compression effectués à 150 jours portent sur les gâchées de la série B 25 – CEM I.

Dans un premier temps on détermine la résistance en compression à 150 jours. Par des démarches identiques à celles qui ont déjà permis d'exploiter les résistances à la compression à 28 jours (cf. § 653 et 655), on a déterminé la résistance théorique à 150 jours ($R_{c \text{ théo}}$) et la résistance relative par rapport au témoin.

En première approximation, on utilise la loi de Féret dont on a de nouveau déterminé le coefficient K (avec la résistance en compression à 150 jours du témoin, les autres paramètres étant restés identiques). Il s'agit bien là d'une approximation, car la loi de Féret n'est pas réellement adaptée dans ce contexte d'une échéance à moyen ou long terme. Le coefficient K représente notamment l'activité de la phase liante à l'échéance de 150 jours.

Les résultats des mesures et des calculs font l'objet du tableau (tab. 110) et de la figure (fig. 139) qui suivent.

Tableau 110 : Résistance à la compression expérimentale, théorique et relative, des bétons B25 – CEM I à l'échéance de 150 jours.

Catégorie	% D2	R_{c150}	$R_{c \text{ théo}}$	$R_{c \text{ rel}}$
B25 CEM I	0	32.9	32.9	1.000
	5	35.0	33.1	1.059
	10	36.6	34.4	1.062
	15	36.6	33.7	1.085
	25	39.2	33.4	1.174

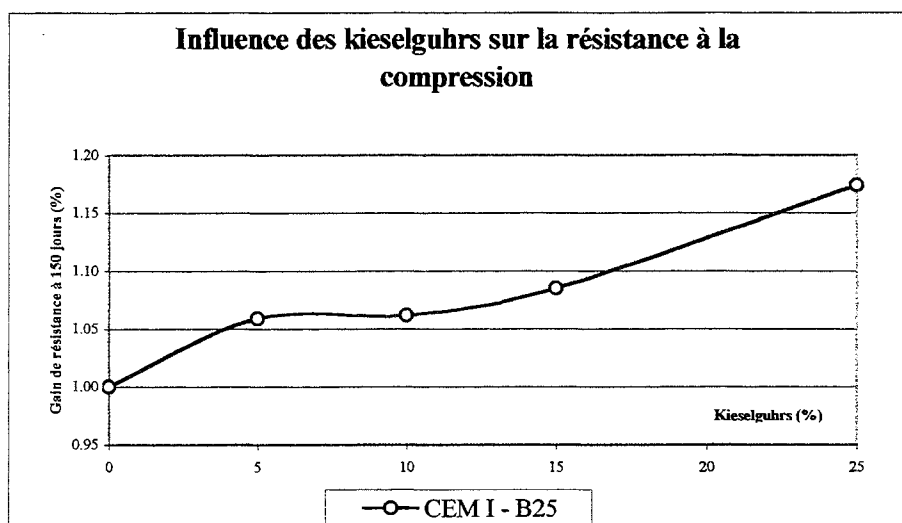


Figure 139 : Evolution de la résistance relative des bétons, à l'échéance de 150 jours, en fonction du dosage en kieselguhrs.

Pour cette série de données, il n'est pas possible de comparer les valeurs avec celles atteintes à 28 jours.

On constate cependant que l'incorporation des kieselguhrs entraîne une forte augmentation de la résistance relative à la compression, qui peut atteindre 17% pour un ajout de 25% de kieselguhr. Le gain de résistance relative (6%) est déjà pour un faible dosage de 5%.

6.6.2. Essais réalisés à 230 jours

Le principe est strictement identique au cas précédent, mais cette fois l'étude porte sur les bétons B25 – CEM III, B35 – CEM III et B35 – CEM I à l'échéance de 230 jours.

Les valeurs des essais et les résultats numériques (résistances théoriques et relatives) sont reportés dans le tableau suivant (tab. 111) et les figures 140 e141 :

Tableau 111 : Résistances à la compression expérimentale, théorique et relative, des bétons B25 et B35 – CEM III, B35 – CEM I à l'échéance de 230 jours.

Catégorie	% D2	Rc ₂₃₀	Rc _{théo}	Gain
B25 CEM III	0	30.7	30.7	1.000
	5	30.9	30.1	1.025
	10	-	-	-
	15	32.9	30.9	1.065
	25	33.8	31.0	1.090
B35 CEM III	0	40.4	40.4	1.000
	5	41.7	40.5	1.030
	10	42.3	40.1	1.054
	15	42.8	42.2	1.014
	25	42.3	40.5	1.045
B35 CEM I	0	44.3	44.3	1.000
	5	44.8	44.7	1.003
	10	47.5	45.5	1.044
	15	47.8	44.9	1.065
	25	50.2	45.6	1.102

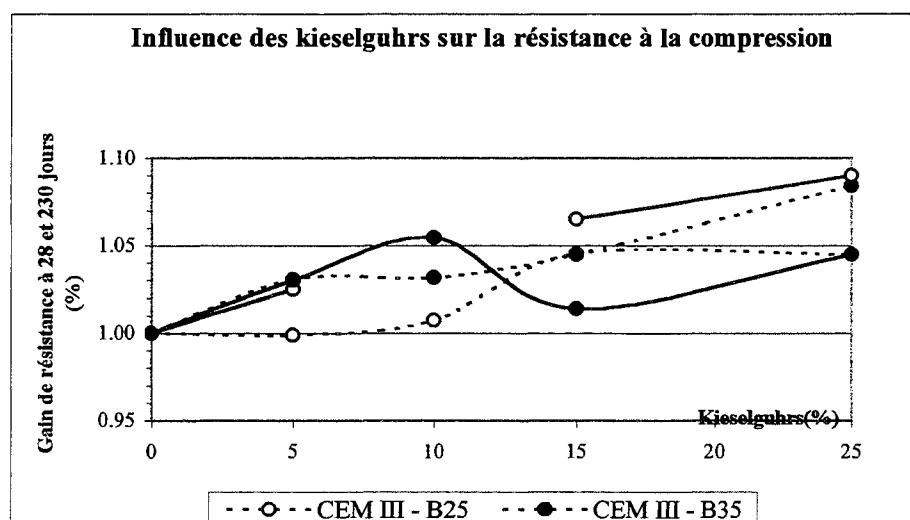


Figure 140 : Evolution de la résistance relative des bétons, en fonction du dosage en kieselguhrs, à l'échéance de 230 jours (trait plein) et à 28 jours (pointillés) pour comparaison.

Pour ce qui concerne les bétons confectionnés avec le ciment CEM III (fig. 136), les résistances relatives des B25 se sont systématiquement améliorées par rapport aux valeurs obtenues à 28 jours (cf. § 663). La résistance relative augmente avec le dosage croissant en kieselguhrs et passe de 2.5 à 9% pour des dosages respectifs de 5 à 25% de kieselguhrs.

Les résultats sont plus mitigés concernant les résistances relatives obtenues pour les B35. Entre 28 et 230 jours, les formules incorporant 5 et 10% de kieselguhrs ont des résistances relatives qui augmentent encore un peu, tandis que les formules dosées avec 15 et 25 % de kieselguhrs voient leurs résistances relatives chuter de près de 5 points.

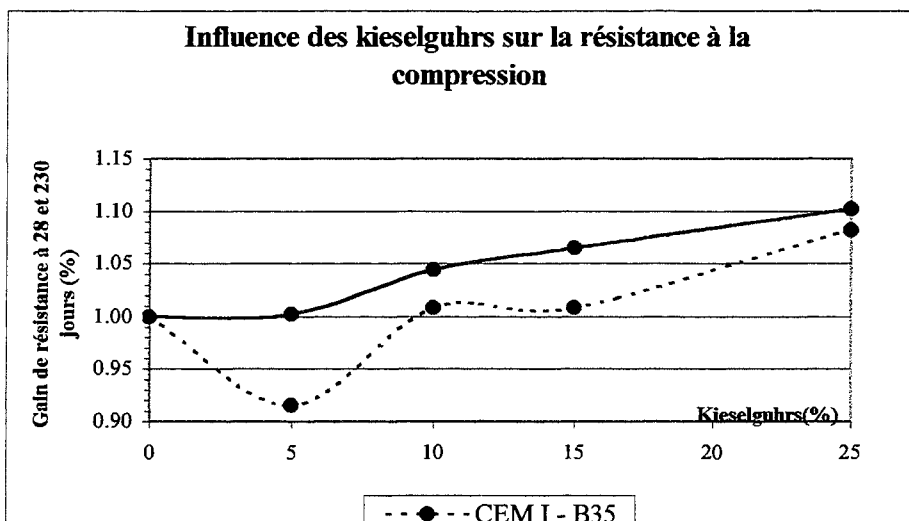


Figure 141 : Evolution de la résistance relative des bétons, en fonction du dosage en kieselguhrs, à l'échéance de 150 jours (pointillés) et à 28 jours (trait plein) pour comparaison.

Les gâchées de béton B35 confectionnées avec le ciment CEM I (fig. 137), de façon analogue à celles de B25 – CEM III, enregistrent un accroissement des résistances relatives entre les échéances de 28 et 230 jours. L'important déficit de résistance qui existait pour la gâchée incorporant 5% de kieselguhrs a disparu. Comme dans le cas des bétons B25 – CEM I et B25 – CEM III, on observe une augmentation régulière de la résistance relative, qui est fonction du dosage en kieselguhrs des bétons.

6.6.3. Bilan

Aux échéances de 150 et 230 jours, les bétons présentent des résistances mécaniques « brutes » bien supérieures à celles déjà mesurées à 28 jours.

Pour les quatre séries de béton, on assiste globalement à une augmentation de la résistance relative en fonction d'un dosage croissant en kieselguhr. La série des bétons B35 – CEM III présente cependant une baisse des résistances relatives pour des dosages de 15 et 25% de kieselguhrs. Cette baisse est d'autant plus surprenante qu'elle ne s'inscrit pas dans la continuité de ce qui a été observé à l'échéance de 28 jours. En dépit d'un protocole de mesure assez rigoureux, il y a lieu de se demander si cette baisse n'est pas due des aléas liés à la mesure (d'autant que les essais ont été réalisés sur une seule éprouvette).

La comparaison des résistances relatives entre les échéances à 28 et 230 jours montre une augmentation plus significative des valeurs pour des dosages en diatomites de 5, 10, et 15%. Par contre, pour les dosages à 25%, les valeurs progressent plus faiblement.

Seule une étude complémentaire menée sur un plus grand nombre d'éprouvettes permettrait de confirmer, éventuellement, cette remarque.

Finalement, compte tenu de la valeur indicative des essais précédents, on peut conclure que dans le moyen terme (150 et 230 jours, dans notre cas) les kieselguhrs jouent encore un rôle actif dans l'augmentation de la résistance à la compression des bétons. Les réactions pouzzolaniques (identifiées au chapitre 4) sont donc des réactions qui s'effectuent à moyen terme, bien au-delà de l'échéance de 28 jours.

6.7. CONCLUSION

Pour ce qui concerne la méthodologie, cette étude expérimentale menée sur les bétons a tout d'abord permis de mettre au point une fiche expérimentale sur Excel, qui permet une préformulation des bétons en tenant compte à l'avance du volume prévisionnel d'air occlus. Elle a ainsi permis de fabriquer des bétons ayant des dosages très proches de la réalité (après un ajustement des formules expérimentales au m³ réel)

On a également utilisé un procédé expérimental qui permet d'obtenir la résistance des éprouvettes avec une dispersion des résultats relativement faible. Les embouts des éprouvettes sont effectivement placés dans des boîtes à sable, ce qui élimine des problèmes comme le frettage.

La formulation expérimentale des bétons, inspirée de la méthode Baron-Lesage, a permis l'optimisation du mélange des sables par l'intermédiaire d'une étude sur mortiers. Les mesures réalisées sur les mélanges à l'état frais et à l'état durci (sachant que la résistance la plus élevée correspond au mélange le plus compact) correspondent globalement aux prévisions établies par les modèles théoriques (MSS et Bétonlab.pro, cf. chapitre 4). Le mélange optimal est composé de 80% de sable de Moselle et 20% de sable de Brouch. On a cependant pris des proportions légèrement différentes, respectivement de 70% et 30%. Elles ne modifient guère les propriétés, mécaniques notamment, des mélanges et permettent d'utiliser plus de sable de Brouch.

Le mélange sable-gravillon, caractérisé par s/g, a ensuite été optimisé grâce à la confection de bétons avec des rapports s/g différents. Les données obtenues sur les gâchées expérimentales fraîches et durcies concordent, dans ce cas aussi, avec les prévisions établies avec le MSS et Bétonlab.pro. Le rapport optimal est compris entre 1 et 0.69, et en se basant sur les performances mécaniques obtenues, un rapport s/g de 1 a été retenu.

Le squelette granulaire optimisé ainsi défini correspond (en volume) à 50% de gravillon 8/20, 37.5% de sable de Moselle et 12.5% de sable de Brouch.

La fabrication de plusieurs gâchées dosées à 280, 330 et 380kg de ciment et ayant des rapports C/E variables ont permis de tirer un certain nombre de lois qui décrivent la plupart des propriétés des bétons. Il s'agit notamment de l'expression de la résistance en fonction du rapport C/E et de l'expression de la maniabilité du béton et du volume d'air occlus. La transcription de ces lois sous formes d'abaques de formulation autorise la confection rapide de bétons répondant aux propriétés désirées (résistance, maniabilité, air occlus, dosage en ciment).

A ce stade, on note que la maniabilité des bétons (exprimée par l'affaissement) est un paramètre qui évolue très rapidement lorsque l'on est au voisinage d'un affaissement de 10 à 12 cm. Trente litres d'eau efficace sont nécessaires pour passer d'un béton ferme à très fluide.

Ce problème nous a amené à réfléchir à un certain nombre de limites expérimentales à prendre en compte dans le calcul de la masse volumique du béton ou de l'air occlus... On retiendra surtout celles qui concernent les caractéristiques hydriques des gravillons. On s'est en effet aperçu que dans le cas de gravillons gréseux sous-saturés en eau, la teneur en eau générale du granulats est inférieure à l'absorption mesurée sur les cailloux, pris individuellement. Dans ces conditions, il est difficile de connaître le volume d'eau nécessaire pour saturer les gravillons et contrôler la quantité d'eau effective juste nécessaire pour obtenir un affaissement donné. On remarquera toutefois que dans une centrale à béton, c'est l'opération inverse qui est réalisée puisqu'on ajuste la quantité d'eau à partir de la maniabilité de la gâchée (donnée par la consommation électrique du malaxeur).

Malgré tout, il est certainement préférable de travailler avec des granulats suffisamment humides pour que leurs absorptions soient préalablement satisfaites.

En marge de cette formulation expérimentale, on a montré que les gravillons gréseux ont un effet limitant sur la résistance mécanique maximale de ces bétons qui ne peut donc dépasser 80 à 90 MPa. Cette résistance limite correspond d'ailleurs à la résistance en compression du grès beige exploité à Altwies.

On a également mené une étude sur des bétons exclusivement formulés avec le gravillon et le sable extrait des Grès du Luxembourg. Elle confirme l'existence de facteurs limitant attribués aux gravillons et montre qu'il est tout à fait envisageable de formuler des bétons de qualité courante, de cette manière. En effet, on peut formuler des bétons de type B25 et B35, avec des dosages proches de ceux utilisés dans les formules, « tout Moselle » notamment, des partenaires industriels.

Contrairement à ce qui avait été réalisé pour les mortiers, les kieselguhrs ont été incorporés dans les bétons sous forme d'une pâte fluide (teneur en eau proche de 200%), ce qui permet d'éliminer le problème de l'absorption de ces produits, et le danger d'inhalation des particules en suspension dans l'air. Lors de leur incorporation dans les bétons, il est donc tenu compte de l'eau apportée et absorbée par les poudres, au même titre qu'un autre granulats.

Les essais d'adjonction des kieselguhrs sous cette forme ont montré qu'ils n'entraînent pas de modification notoire de la maniabilité et du volume d'air occlus des bétons, si ce n'est dans certains cas, où on remarque une petite diminution du volume d'air.

Les kieselguhrs sont responsables d'une amélioration des résistances mécaniques à la compression. Au bout de 28 jours, un ajout de 25% de kieselguhrs, par rapport au volume de ciment, se répercute par une hausse d'environ 8% des résistances mécaniques, mais le gain de résistance est plus aléatoire pour des dosages inférieurs. Cependant, il augmente avec la quantité de kieselguhrs incorporés.

A moyen terme (échéances de 150 et 230 jours) le surplus de résistance occasionné par les ajouts de kieselguhrs a progressé notamment dans le cas des faibles dosages. Cela montre également que la réaction pouzzolanique se produit dans les bétons durant un temps relativement long.

Pour ce qui est des résistances en fendage, à 28 jours, les conclusions sont plus difficiles à tirer. Elles augmentent systématiquement, parfois de façon spectaculaire, pour un ajout de 25%. Pour les dosages intermédiaires l'augmentation de résistance est constante dans un cas (CEM III, 25MPa) et on enregistre au contraire une certaine perte de résistance dans les deux autres (formules B35 CEM I et CEM III).

Enfin, les kieselguhrs entraînent une diminution de la masse volumique des bétons et entraînent systématiquement une baisse du module d'élasticité dynamique. Ils permettent non seulement d'améliorer la résistance à la compression d'un béton, tout en diminuant la résistance à la déformation.

Cette étude a donc montré que l'ajout des kieselguhrs est envisageable dans les bétons et qu'il constitue donc une possibilité d'élimination de ce déchet. En effet, incorporés sous forme de pâte fluide et donc saturés en eau, ils ne modifient pas le rapport C/E du béton, ni sa maniabilité. Le béton ne perd pas ses propriétés initiales.

Au contraire, ajoutés à plus de 10% du volume de ciment, les kieselguhrs amènent un surplus de résistance à la compression et permettent d'améliorer les performances des bétons. Plus qu'un simple moyen d'élimination d'un déchet, l'incorporation des kieselguhrs devient alors intéressante pour les qualités supplémentaires procurées au béton.

7. PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES ET INDUSTRIELLES

Pour terminer cette étude menée sur l'incorporation des kieselguhrs dans des bétons de grès, quelques essais ont été effectués avec un autre dosage en adjuvant, et d'autres types de bétons, à savoir des bétons entièrement constitués d'alluvions de Moselle et un béton avec des gravillons dolomitiques.

Cette travail répond à un certain nombre de questions, mais il peut être intéressant de la compléter par d'autres études, appliquées ou purement scientifiques. On donnera par exemple certaines voies de recherches qu'il n'a pas été possible d'explorer dans le temps imparti.

Ce projet mis en place pour un besoin industriel permet enfin d'envisager certaines possibilités concrètes que l'on présente ici.

7.1. INFLUENCE DU DOSAGE EN ADJUVANT ET DE LA NATURE DES GRAVILLONS SUR LES KIESELGUHRS

7.1.1. Influence du dosage en fluidifiant

On a vu que le fabricant (Tillman) recommande un dosage maximal de 0.09% en extrait sec, (soit 0.45% en masse totale) pour limiter l'important effet retardateur engendré par le produit (cf. § 243).

Cependant, on a choisi de formuler toutes les gâchées de bétons de cette étude en incorporant le plastifiant BV, à la dose de saturation mesurée sur des coulis (0.25% d'extrait sec par rapport à la masse de ciment), sachant que sur des bétons cette dose de saturation est encore plus prononcée (cf. § 2432).

Lors de l'étude de l'adjuvant, on a cherché à mesurer les conséquences de ce dosage, sur la résistance à 28 jours de deux formules de béton (cf. § 2432, tab. 33) différemment adjuvantées (BV dosé à 0.05% et 0.25%). Les résultats, repris dans le tableau suivant (gâchées A et B), ont montré que la différence de dosage n'engendre pas de répercussion au niveau de la résistance mécanique. Par contre, elle modifie la maniabilité des mélanges frais, et leurs temps de prise (retardé de près de 8 heures avec le dosage le plus élevé en plastifiant).

On complète maintenant cette étude (gâchée C, tab. 112) en l'appliquant à un béton optimisé de grès identique aux deux précédents (A et B), mais qui incorpore des kieselguhrs, « classiquement », en remplacement d'un volume équivalent de sable.

Tableau 112 : Gâchées de bétons destinées à étudier les effets, de différents dosages en plastifiant et d'un remplacement partiel du ciment CEM III par les kieselguhrs D2-500°C.

Gâchées	C	A	D2-500°C	Affaissement	Rc 28 j	Rc 70 j
	kg/m ³	%	kg/m ³	cm	MPa	MPa
A	334	0.25	0	16.4	42.9	47.5
B	334	0.05	0	6	40.6	48.0
C	334	0.05	30	5.5	-	47.0

*squelette granulaire optimisé ; ciment CEM III
kieselguhr en substitution du sable (C)*

Les comparaisons se font dorénavant entre la gâchée B, qui sert de témoin, puisque dosée à 0.05% de plastifiant et la gâchée C.

On constate que l'ajout des kieselguhrs (sous forme de pâte fluide) n'a pas de conséquences notables sur la maniabilité des bétons dosés à 0.05% de plastifiant en extrait sec.

Par contre, l'ajout de 25% (ratio volumique exprimé par rapport au ciment) de kieselguhrs n'engendre pas de hausse de la résistance mécanique à la compression, contrairement à ce qui a toujours été observé jusqu'à présent. Le béton à base de kieselguhrs enregistre au contraire une légère baisse de résistance.

Cet essai tend à montrer que le gain de résistance mécanique généré par l'adjonction des kieselguhrs, ne se produit que pour un dosage prononcé en adjuvant, proche de la saturation. Les données obtenues sur les bétons de grès incorporant des kieselguhrs correspondent à un cas de figure similaire.

Le phénomène est certainement lié à la floculation des particules des kieselguhrs à pH basique (cf. § 2422), que seul un dosage en plastifiant (à saturation) arrive à disperser (cf. § 2421). Rappelons que les kieselguhrs ont une forte surface spécifique (2 à 4m²/g), ce qui constitue aussi un facteur favorable à une augmentation du dosage.

Le développement des réactions pouzzolaniques est fonction de la dispersion des particules dans le mélange hydraulique, ce qui explique le gain de résistance mesuré lorsque le plastifiant agit efficacement. En outre, la présence de kieselguhrs à l'état floculé doit certainement avoir un effet décompactant sur le mélange ce qui contribue à une perte de résistance.

On retombe sur notre hypothèse de départ qui consistait à utiliser un dosage conséquent de plastifiant, en vue de l'incorporation des kieselguhrs.

Les essais suivants (§ 712) réalisés sur des formules de bétons disponibles à la centrale renforcent l'hypothèse précédente.

7.1.2. Incorporation des kieselguhrs dans d'autres bétons

Trois formules courantes de béton prêt à l'emploi ont été sélectionnées pour tester l'incorporation des kieselguhrs. Deux formules confectionnées uniquement avec des alluvions de Moselle (un B25 et un B35) et une autre élaborée à partir d'un mélange de sables gréseux et calcaires, et d'un gravillon dolomitique. Ces formules sont respectivement référencées à la centrale à bétons par les numéros 77, 78 et 330.

Chaque formule a donné lieu à la confection d'un témoin et d'un essai incorporant 20% de kieselguhrs D2-500°C, sous forme de pâte fluide, en remplacement d'un volume identique de sable. Le pourcentage de kieselguhrs est exprimé, comme d'habitude, en volume par rapport au volume de ciment.

Hormis l'adjonction d'un certain volume de kieselguhrs en remplacement d'une fraction de sable, les formules d'essais sont rigoureusement identiques aux témoins.

Les principaux résultats concernant ces différentes gâchées figurent dans le tableau suivant (tab 113).

Tableau 113 : Principales caractéristiques des bétons d'alluvions de Moselle et de gravillons dolomitiques, avec et sans ajout de kieselguhrs.

Formule n°	Nature des granulats	Ajout de D2-500°C ⁽¹⁾	Type et Consistance	Etalement Graf	Masse volumique	Air occlus	Substitution	Rc 28j.
77	tt Moselle	-	B25-C3	44 cm	2.34 t/m ³	13 l	-	40.9
77'	tt Moselle	21.8 kg	B25-C3	46 cm	2.32 t/m ³	12 l	0/4	39.4
78	tt Moselle	-	B35-C3	43 cm	2.34 t/m ³	18 l	-	46.2
78'	tt Moselle	25.6 kg	B35-C3	41 cm	2.32 t/m ³	15 l	0/4	45.5
330	Dolomite, Sb, Sm	-	B25-C3	38 cm	2.42 t/m ³	13 l	Sb, Sm	46.0
330'	Dolomite, Sb, Sm	25.4 kg	B25-C3	39 cm	2.38 t/m ³	13 l	Sb, Sm	43.4

(1) ajout de kieselguhrs exprimés en kg par mètre cube de béton

De façon analogue aux résultats déjà obtenus pour les bétons de grès, l'ajout des kieselguhrs n'engendre pas de modification de la maniabilité des bétons, ni du volume d'air occlus.

Comme dans le cas précédent, l'incorporation des kieselguhrs ne permet pas non plus d'enregistrer une hausse de la résistance à la compression. Les résistances restent stables pour ce qui concerne les bétons d'alluvions de Moselle et baissent légèrement pour ce qui est du béton de dolomite.

La formule n° 77 est dosée à 0.03% d'adjuvant en extrait sec, tandis que les formules 78 et 330 sont doublement dosées, à 0.06% (ce qui correspond respectivement à des dosages en masse d'adjuvant liquide de 0.15% et 0.30%).

Ces résultats accréditent donc l'hypothèse précédente d'une floculation des kieselguhrs, liée à des dosages trop faibles en plastifiant ; les kieselguhrs floculés ne permettant pas une hausse de la résistance.

On remarquera malgré tout que dans ce cas de figure, l'élimination des kieselguhrs usagés demeure toujours possible sans que la maniabilité et la résistance à la compression ne soient réellement modifiées.

7.2. PERSPECTIVES SCIENTIFIQUES

Les essais précédents ont mis en évidence le rôle important du dosage en plastifiant dans le comportement des kieselguhrs vis à vis des performances mécaniques des bétons. Le phénomène reste à étudier afin d'en cerner les mécanismes. On peut citer les essais suivants :

- Confections des gâchées précédentes saturées en adjuvant (gravillons de moselle et dolomitiques), pour étudier l'impact obtenu sur les performances mécaniques.
- étude des réactions chimiques (par EAD, DRX, MEB, cf. §4.6) en fonction du dosage en adjuvant

Dans ce travail, on a étudié les propriétés les plus essentielles des bétons (maniabilité, air occlus, résistances mécaniques), mais l'incorporation des kieselguhrs peut également avoir des répercussions intéressantes sur d'autres paramètres. On a vu, par exemple, qu'ils permettent de faire diminuer le module d'élasticité des bétons.

De nombreux aspects mériteraient d'être étudiés (s'ils ne l'ont pas déjà été), concernant l'adjonction des diatomites vis à vis :

- du **vieillissement** du béton.

- de la **carbonatation**, sachant que les kieselguhrs consomment une partie de la chaux libre présente dans les bétons

- de l'**alcali-réactions**. Des auteurs (Gaudon et al., 1997) ont montré que les diatomites réagissent non seulement avec la chaux pour former des CSH, mais qu'elles peuvent également réagir avec le potassium pour former KSH (dans des solutions fortement dosées en potassium)

- de la **dessiccation**. On a vu que les diatomites calcinées absorbent une grande quantité d'eau qui doit ensuite être libérées dans les bétons (dans quelles proportions, quand et comment ?)

- d'un certain nombre d'essais effectués sur les bétons comme la **perméabilité aux ions chlorures** (le projet Craft (Craft-eurocrete, 1996) a montré que l'ajout de diatomites faisait diminuer la perméabilité aux ions chlorures), **le retrait**...

Il est également possible d'approfondir certains résultats qui ont été mis en évidence dans ce travail afin de comprendre pourquoi les kieselguhrs n'apportent pas de résistances aux bétons dolomitiques et d'alluvions de Moselle.

7.3. PERSPECTIVES INDUSTRIELLES

Il existe globalement trois raisons distinctes pour incorporer les kieselguhrs usagés dans les bétons et elles sont confrontées, à deux cas de figure déjà évoqués (§ 36) puisqu'ils concernent un aspect législatif.

Dans le premier cas (cas n°1) les brasseries peuvent se débarrasser de leurs kieselguhrs usagés à faible coût et sans avoir à l'éliminer.

Dans le second cas (cas n°2), les kieselguhrs sont classés « R45 » comme produits cancérogènes (par inhalation régulière), et les brasseries ont l'obligation de payer l'élimination de leurs filtres usagés.

Les trois raisons d'incorporer les kieselguhrs usagés dans un béton sont :

- L'élimination des kieselguhrs usagés.

Les kieselguhrs peuvent être facilement incorporés dans un béton sans que cela nuise à sa qualité (sous réserve d'un essai de convenance, lorsque celui-ci n'a jamais été essayé)

Cas n°1

La calcination et l'incorporation dans les bétons doivent être un procédé peu cher.

Dans ce cas le procédé risque fort de ne pas être rentable en raison du coût des installations et du traitement.

Cas n°2

La calcination, puis l'incorporation des kieselguhrs dans les bétons s'avère être une bonne solution.

Le coût des installations et du traitement est en grande partie à la charge des brasseries et des fabricants de kieselguhrs.

- L'amélioration des résistances mécaniques / diminution du dosage en ciment.

Sachant que l'incorporation des kieselguhrs engendre un gain de résistance, il est possible d'envisager une amélioration des résistances mécaniques, sans apporter de ciment supplémentaire, ou diminuer le dosage en ciment tout en restant avec des performances mécaniques égales. Pour une même résistance à la compression, l'incorporation de 25 à 30 kg de ciment pourrait alors permettre de diminuer le dosage en ciment de 15 - 20 kg.

Cas n°1

La calcination et l'incorporation dans les bétons doivent être un procédé peu cher pour que le coût des kieselguhrs soit inférieurs à celui du ciment.
Quasiment aucun chance d'être rentable.

Cas n°2

La calcination, puis l'incorporation des kieselguhrs dans les bétons s'avère être une bonne solution.
Le coût des installations et du traitement est en grande partie à la charge des brasseries et des fabricants de kieselguhrs. Le prix de revient des kieselguhrs retraités a donc des chances d'être intéressant.

L'amélioration de certaines propriétés des bétons.

On a vu dans cette étude que les kieselguhrs permettent de diminuer le module d'élasticité, la masse volumique du béton (dans des proportions toutefois relativement faibles) ou sont susceptibles de limiter l'apparition d'efflorescences.

Cas n°1

La calcination et l'incorporation dans les bétons doivent être un procédé capable de fournir des kieselguhrs à un prix concurrentiel par rapport à l'adjonction d'autres produits qui auraient une action similaire.
Quasiment aucun chance d'être rentable.

Cas n°2

La calcination, puis l'incorporation des kieselguhrs dans les bétons s'avère être une bonne solution.
Le coût des installations et du traitement est en grande partie à la charge des brasseries et des fabricants de kieselguhrs. Le prix de revient des kieselguhrs retraités a donc des chances d'être intéressant.

On rappellera que l'ajout de kieselguhrs non calcinés dans des mortiers a conduit à la fabrication de mortiers légers (masse volumique proche de 1200kg/m^3). Il est peut être envisageable de faire de même avec des bétons, dans le but d'obtenir des bétons légers.

Bilan

Le procédé est techniquement envisageable, cependant le coût des kieselguhrs recyclés doit être inférieur à celui du ciment (dans la perspective d'une diminution du dosage en ciment tout en maintenant la résistance à la compression). Il est également important de noter que dans certains cas l'emploi d'adjuvants performants est indispensable, ce qui augmente encore les coûts de fabrication.

Le projet peut s'avérer financièrement réalisable dans la mesure où les brasseries financent en grande partie la calcination des kieselguhrs usagés, en tant que clients.

8. CONCLUSION GENERALE



Rappelons tout d'abord, au terme de cette recherche, les principales caractéristiques relevées sur les matériaux.

Les granulats proviennent de deux origines distinctes, un sable alluvial de Moselle et quatre matériaux locaux (trois sables et un gravillon) issus du concassage de grès à matrice calcaire exploités dans les Grès du Luxembourg, à Altwies et Brouch.

Les sables primaires de roches d'Altwies et de Brouch ont des propriétés quasi identiques (sable siliceux riches en éléments fins) ; le sable de Moselle manque de fines mais présente toutefois une forte compacité ; le sable secondaire d'Altwies, produit en petite quantité, a des propriétés qui le rapprochent à la fois du sable de Moselle (forte compacité) et des sables de roche. Ce dernier est très riche en carbonates du fait de sa nature (sous-produit du concassage secondaire).

Le gravillon 8/20 se caractérise par une grande variabilité de ses propriétés intrinsèques suivant la taille de ses grains et le faciès dont il est issu. En effet le gravillon est constitué de deux faciès aux propriétés fort différentes, présents dans la carrière : un faciès beige qui produit des grains résistants et peu poreux, souvent aplatis dans les petites coupures granulométriques du fait de l'expression d'un litage millimétrique de la roche ; un deuxième faciès jaunâtre qui donne des grains souvent arrondis et qui s'empile mieux que le faciès précédent, mais ce grès est mal cimenté, très poreux et donc peu résistant.

Une modification du mode de concassage secondaire (utilisation d'un système à percussion en remplacement d'un concasseur giratoire) a permis d'améliorer sensiblement les propriétés de ces gravillons, notamment les compacités et leurs valeurs de Micro-Deval et Los Angeles.

Les gravillons utilisés dans cette étude sont donc issus de ce concassage sélectif. En dépit de la plus forte proportion de sables produite par ce type de concassage, il serait intéressant pour les partenaires industriels de produire des granulats selon ce procédé, par petites quantités, pour l'usage spécifique des bétons.

Concernant les ciments, le choix s'est porté sur les produits couramment utilisés dans les centrales à bétons des partenaires industriels. Il s'agit d'un CHF-CEM III/A 42.5. Pour des études plus spécifiques, des ciments CEM I 42.5 et d'un ciment CEM II/B-S 42.5 ont été utilisés.

L'adjuvant retenu est un plastifiant (BV Tillman®) que l'on a employé à la dose de saturation réelle de 0.25% d'extrait sec, mesurée sur coulis. Le fabricant conseille un dosage moins élevé en raison de l'effet « retardateur de prise » engendré par le plastifiant.

L'étude des kieselguhrs a comporté trois phases successives qui sont : la caractérisation et l'étude des composants d'un kieselguhr ; le traitement des kieselguhrs usagés ; et leur incorporation dans les bétons.

Les kieselguhrs de filtration utilisés dans les brasseries sont composés de deux types de diatomites (calcinées et fluxées) et parfois de perlite (roche volcanique broyée puis expansée). Les diatomites calcinées ont subi un traitement thermique industriel entre 500 et 900°C, tandis que les diatomites fluxées ont été portées à plus haute température, vers 1100°C en

présence d'un fondant. Ces catégories de produits ont des propriétés physiques et minéralogiques bien distinctes, même si d'un point de vue général ils se caractérisent par une forte porosité, une masse volumique et une compacité faibles. Ils ont également une activité pouzzolanique marquée qui varie suivant la structure cristallographique des produits. Les diatomites calcinées, composées d'opale (silice amorphe partiellement hydratée), sont les produits les plus réactifs, devant les perlites (verre volcanique siliceux) et les diatomites fluxées, formées par de la cristobalite (silice cristallisée).

Cette réactivité des composants des kieselguhrs a été mise en évidence par de nombreux essais sur mortiers et une étude chimique détaillée. Cette dernière a clairement montré que ces produits réagissent avec la chaux libérée par le ciment pour former des CSH susceptibles d'apporter un gain de résistance. Les effets de ces réactions commencent à se faire ressentir au bout d'une quinzaine de jours. En consommant de la chaux et apportant de l'eau supplémentaire (notamment sous forme d'eau absorbée), ils contribuent également à une meilleure hydratation du clinker. Plus qu'une simple incorporation, les kieselguhrs disparaissent quasiment dans les bétons, comme le montrent des observations réalisées au Microscope électronique à balayage.

Le traitement le plus approprié pour l'élimination de la matière organique est la calcination des kieselguhrs. Cette technique a l'avantage de ne pas générer de sous-produits qu'il faut éventuellement recycler. Les essais de calcination dans un four statique de laboratoire ont montré que le traitement optimal consiste en une calcination à 500°C durant deux heures à deux heures et demie. Dans ces conditions l'essentiel de la matière organique est éliminé, sans que les propriétés des constituants des kieselguhrs ne changent (structure, minéralogie, granularité). Sur le plan industriel, des procédés de séchage et de calcination conçus pour ce genre de produits existent et ont été présentés. Il convient encore de mener une réflexion plus en amont pour définir des aspects pratiques comme le mode de transport des produits, le lieu de traitement...

Dans les mortiers, les kieselguhrs n'ont guère apporté de résistance supplémentaire, en dépit de leur activité pouzzolanique. Ils ont en effet été incorporés sous forme de poudres sèches entraînant une certaine quantité d'air occlus, elle-même responsable d'une diminution de la résistance.

Dans les bétons de grès, les kieselguhrs usagés ont été incorporés sous forme d'une pâte fluide ce qui présente l'avantage de satisfaire la forte absorption des produits tout en les densifiant (problème de l'inhalation des poudres). Cette adjonction, en remplacement d'un volume équivalent de sable, ne modifie pas la maniabilité du mélange ni le volume d'air occlus (on note éventuellement une légère baisse). La masse volumique du béton à l'état frais baisse suivant la proportion de kieselguhr ajoutée (20kg/t pour 25 % de kieselguhr, exprimé en pourcentage volumique par rapport au ciment).

Sur le béton à l'état durci, on enregistre une hausse systématique de 8-10% de la résistance relative à la compression (28 jours) pour un ajout de 25% de kieselguhrs. Pour des dosages plus faibles les hausses enregistrées sont moins prononcées et aléatoires, mais s'améliorent dans le long terme (150 à 230 jours). Cependant, il semble que ce gain de résistance consécutif à l'incorporation des kieselguhrs dans les bétons soit conditionné par un dosage en plastifiant, à saturation. Dans le cas contraire, les kieselguhrs flocculent et n'apportent pas de résistance supplémentaire au béton.

En marge des résistances mécaniques, les kieselguhrs permettent également de faire diminuer le module d'élasticité des bétons et permet de consommer, au moins partiellement, la chaux excédentaire libérée par le ciment CEM I. Ce sont là aussi deux aspects intéressants.

BIBLIOGRAPHIE

- ACI COMMITTEE 212, 1993. *Chemical admixtures for concrete*, Concrete International, october 1993, pp 48-53.
- APV, société, 1993. *Comment transformer un produit pâteux en poudre?* Chimie magazine, Nov., n°118, pp 49-53.
- BAROGHEL-BOUNY V., 1994. *Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons - Méthodes, analyses, interprétations*, ISBN 2-7208-5030-1, Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (Ed), Paris, 468p.
- BARON J. & LESAGE R., 1976. La composition du béton hydraulique ; du laboratoire au chantier. Rapport de recherche Laboratoire des Ponts et Chaussées n°64, Paris, décembre 1976.
- BARON J. et SAUTERAY R., 1982. *Les essais mécaniques* (chapitre 21), dans Les Presses de l'école nationale des Ponts et Chaussées (Ed.), Le béton hydraulique connaissance et pratique, ISBN 2-85978-033-5, pp 379-388.
- BATCHAROV V., VELINOV D., MARINOVA G., 1995. *Perlite partial substitution of Kieselguhr for beer filtration*. Monatsschrift für Brauwissenschaft, 11/12, pp 397-402.
- BERNERS H.P., 1983. *A lower liassic offshore bar environment, contribution to the sedimentology of the Luxemburg sandstone*. Ann. Soc. géol. Belg., 106, pp 87-102.
- BIGNOT G., 1982. *Les microfossiles*. Ed. Dunod Université, ISBN 2-04-015474-4, 212p.
- BUIL M., 1990. *Comportement physico-chimique du système ciment – fumées de silice*, Annales de l'institut technique du bâtiment et des travaux publics, série béton 271, n°483 mai 1990, pp 19-29.
- CECA, 1996. *Clarcel - Adjuvants de filtration*. Documentation Ceca Ato, 12, place de l'Iris - La Défense 2 - Cédex 54 - 92062 Paris-La Défense, 7p.
- CECA 1997. *Fiche produit fini - Clarcel CBL*. Documentation Ceca Ato, 12, place de l'Iris - La Défense 2 - Cédex 54 - 92062 Paris-La Défense, 17/07/97, 2p.
- CECA 1997. *Fiche produit fini - Clarcel DIC/B*. Documentation Ceca Ato, 12, place de l'Iris - La Défense 2 - Cédex 54 - 92062 Paris-La Défense, 07/97, 2p.
- CHLOUP-BONDANT M., 1996. *Etude des mécanismes réactionnels dans l'hydratation des silicates et aluminates tricalciques en présence d'un filler calcaire*. Thèse de l'Université Henri Poincaré – Nancy I, 156p.
- CRAFT-EUROCRETE, 1996. *Projet de recherche industriel, Rapport confidentiel inédit*.
- DRIOUCHE M., MURAT M., 1988. *Dissolution des phases du système silice-alumine dans HF dilué. Etablissement d'un diagramme binaire de conductivité*, C. R. Acad. Sci. Paris, 307, série II, pp 251-254.

- DUPAIN R., LANCHON R., SAINT-ARROMAN J.-C., 1995. *Granulats, sols, ciments et bétons*, Editions Casteilla, Paris, 236p.
- EHRlich A., 1966. *Contribution à l'étude des gisements volcano-lacustres à Diatomées de la région de Rochessaive et de Saint-Bauzile (Ardèche)*. Bull. Soc. géol. de France, série 7, t VIII, pp 311-321.
- DE LARRARD F., BOSC F., CATHERINE C., DEFLORENNE F., 1996. *La nouvelle méthode des coulis de l'AFREM pour la formulation des bétons à hautes performances*. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n°202, mars-avril, pp 61-69.
- DE LARRARD F., SEDRAN T., ANGOT D., 1994a. *Prévision de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide I : Fondements théoriques et calibration du modèle*. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n°194, novembre-décembre, pp 59-70.
- DE LARRARD F., SEDRAN T., ANGOT D., 1994b. *Prévision de la compacité des mélanges granulaires par le modèle de suspension solide I : Validation et Cas des mélanges confinés*. Bulletin de Liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n°194, novembre-décembre, pp 71-86.
- DE LARRARD F., 1999. *Concrete mixture proportioning. A scientific approach modern concrete*. Technology series, n°9, S. Minden and A. Berton editors, E and FN Spon, London, March 1999, 421p.
- DE LARRARD F., 2000. *Structures granulaires et formulation des bétons*. Traduit de l'anglais par A. Lecomte, Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, à paraître.
- FREEMAN G.J., MCKECHNIE M.T., BREWER T.S., 1995. *Improved methods for the quality control of kieselguhr*. J. Inst. Brew., 101, Nov-Dec, pp 447-452.
- FRIAS M., LUXAN M.P., SANCHEZ DE ROJAS M.I., GARCIA N., 1991/92. *Possibilities of laser diffraction application for comparison of pozzolan materials*. Advances in Cement Research, 4, N° 16, Oct, pp 135-140.
- GABORIAU H., LE BERRE P., GALLIAS J.-L., 1997. *Utilisation de poudres minérales naturelles ultra-fines pour l'amélioration des performances des bétons*. Mines et carrières-Industrie minérale, juin, pp 46-54.
- GALAN E., GONZALEZ I., MAYORAL E., MIRAS A., 1993. *Properties and applications of diatomitic materials from SW Spain*. Applied Clay Science, 8, pp 1-18.
- GAUDON P., O. ETERRADOSSI, Y. YAN, A. BENHASSAINE, Y. DUSAUSOY et P. TEKELY, 1997. *Evolution d'une silice de type opale en milieu basique*. J. Chim. Phys., 94, pp 799-812.
- GEISLER J.-L., 1995, *Contribution à l'optimisation de l'utilisation des matériaux locaux des bassins de la Moselle et de la Sarre dans le BTP*, Thèse de l'Université Henri Poincaré-Nancy I.

- HEWLETT P.C., 1995. *An introduction to, and a Classification of, Cement Admixtures*, Cement Admixture Association (Ed), Cement admixtures, uses and applications, second edition, pp 1-14.
- IFBM, 1996. *Filtration de la bière-stabilisation*. Technologie de la brasserie, Institut Français des Boissons de la Brasserie et de la Malterie, 09/95, pp 108-132.
- ISKANDAR D., 1990. *La diatomite miocène de la montagne d'Andance, carrière de Saint-Bauzile (Ardèche, France) - Etude palynologique, écostratigraphique, paléoclimatologique*. Docum. Lab. Géol. Lyon, n°110, 173p.
- JOLIBERT F., AIME F., 1994. *Gestion des déchets spécifiques de la filière boissons*. Bios, 25, 05/06 - n°247, pp 27-37.
- KUMIKO A.-S., BRUCE D. J., 1992. *Measuring physical characteristics of particles : a new method of simultaneous measurement for size, settling velocity and density of constituent matter*. Deep-Sea Research, 39, n°6, pp 1057-1066.
- LARGENT R., 1975. *Estimation de l'activité pouzzolanique-Recherche d'un essai*. Thèse d'Université, Paris VI.
- LARGENT R., 1978. *Estimation de l'activité pouzzolanique-Recherche d'un essai*. Bull. Liaison Labo. P. et Ch., 93, janv.-févr, pp 61-65.
- LECOMTE A., 1998. *Ajustement des méthodes de formulation de béton au m³. en tenant compte du volume réel*. Annales du Bâtiment et des Travaux Publics n°5, octobre-novembre, pp 13-26.
- LECOMTE A. et MASSON L., 1995. *Formulation de bétons calcaires*. MATERLOC-Calcaires (Ed), Actes du colloque de clôture MATERLOC-Calcaires, Paris, 23 et 24 Novembre 1995, 23p.
- LECOMTE A. et ZENNIR M., 1997. *Présentation de F. de Larrard. Modèle de suspension solide et formulation de bétons calcaires en Lorraine*. Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées, n°211, septembre-octobre, pp 41-52.
- LEGRAND C., 1982. « *La structure des suspensions de ciment* », Presses de l'ENPC (Ed), Le béton hydraulique, Paris.
- LEMONS J., 1996. *Diatomite*. The american Ceramic society Bulletin, 75, n°6, p 120.
- LEROY R., 1996. *Simplification pour $v = 0.2$* , dans Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (Ed.), Paris, Déformations instantanées et différées des bétons à hautes performances (Série ouvrages d'art – OA22), ISBN 2-7208-2580-4, p 143.
- LUXAN M.P., MADRUGA F. and SAAVEDRA J., 1989. *Rapid evaluation of pozzolanic activity of natural products by conductivity measurement*. Cem.Concr Res., 19, pp 63-68.
- LYSE I., 1932. *Tests on consistency and strength of concrete having constant water*. Content. Proceeding of the ASTM, vol 32, Part II, pp 629-636.

- MATERLOC, Programme, 1995, Actes du colloque de clôture MATERLOC-Calcaires, 23 et 24 novembre 1995, Association interrégionale pour l'étude et la valorisation des formations carbonatées françaises (Ed.), 83, rue de Rennes, 75006 Paris.
- MAUBEUGE P.L., 1987. *Nouvelles données stratigraphiques sur le grès de Luxembourg au N. O. du méridien de Luxembourg*. Bull. Acad. Soc. lorr. Sc., 26, 1.
- PICHON H., 1994. *Le système « pouzzolanes naturelles chaux-eau » à 38 et 100°C. Relations entre la réactivité chimique, les phases néoformées et les conséquences physico-mécaniques. (application aux matériaux volcaniques du Massif Central Français)*. Thèse de doctorat Université de Grenoble I et E.N.S.T.I.M. d'Ales, 185p.
- PRIN-FERREIRA L., 1997. *Contribution à la valorisation des laitiers de hauts fourneaux et des scories d'aciéries*. Mémoire de DEA présenté le 30 juin 1997, Université Henri Poincaré – Nancy I, Laboratoire de chimie du solide minéral, 21p.
- ROBERTS M H., 1968. *Chemistry of cements*. Proceeding of the 5th International Symposium, Tokyo, 11, 104.
- SEDRAN T., 1999. *Rhéologie et rhéométrie des bétons. Application à la formulation des bétons autonivelants*. Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- SEDRAN T. & F. DE LARRARD, 1994. *RENE- LCPC : Un logiciel pour optimiser la granularité des matériaux de génie civil*. Bull. liaison Laboratoire des Ponts et Chaussées, n°194 – novembre - décembre pp 87-93.
- VIZINET J., DE REVIERS B., 1995. *Les utilisations des diatomées*. Vie et Milieu, 45 (3/4), n°314, pp 301-314.
- WALLER V., 1999. *Relation entre composition, exothermie en cours de prise et résistance en compression des bétons*. Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- ZENNIR A., 1996. *Bétons calcaires en Lorraine – Utilisation des granulats du Bajocien de Viterne pour la formulation de bétons courants*, Thèse de l'Université Henri Poincaré – Nancy I, 204p.

Publications parues, ou en cours de parution, à partir des travaux de thèse

- LECOMTE A., MECHLING J-M., 1999. *Compacité des mélanges et propriétés des grains*, *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, n°220, mars-avril, pp21-33. (reproduit dans la thèse)
- LECOMTE A., MECHLING J-M., 1999. *Rôle physico-mécanique de diverses diatomites et perlites additionnées à des mortiers hydrauliques*, « Sciences et Technologies, regards croisés », Colloque national de la recherche en IUT, 2-4 juin 1999, Aix-en-Provence, l'Harmattan (éd.), ISBN 2-7384-7367-9, pp343-352.
- LECOMTE A., MECHLING J-M., 2000. *Analysis of the granular structure of aggregates using solid volume measurement of elementary fractions*. *Ciment, Concrete and Aggregates Journal*, ASTM, article accepté, à paraître.
- LECOMTE A. MECHLING J-M., VOIRIN J., VULCANO N., 1999. *Analyse des propriétés des grains par mesure de la compacité des tranches granulaires*, « Des matériaux à l'ouvrage », 2^{ème} Congrès Universitaire de Génie Civil, 6-7 mai 1999, Poitiers, Association Universitaire de Génie Civil, ISBN 2-9509268-7-8, vol.1, pp 35-43.
- LECOMTE A., DE LARRARD F. MECHLING J-M.,. *Résistance à la compression de bétons hydrauliques au squelette granulaire non optimisé*. A paraître
- MECHLING J.-M., LECOMTE A. *Mesure de l'absorption et de la porosité des poudres par absorption d'eau*. A paraître.

BOULEVARD DE LA LIBÉRATION
91000 EVRY-COURCOURONNES
FRANCE
Tél : 01 69 10 10 10
Fax : 01 69 10 10 11

ANNEXES

2023-2024
2024-2025
2025-2026
2026-2027

SCREEN

16-NOV-98 9:36

SCAN PARAMETERS

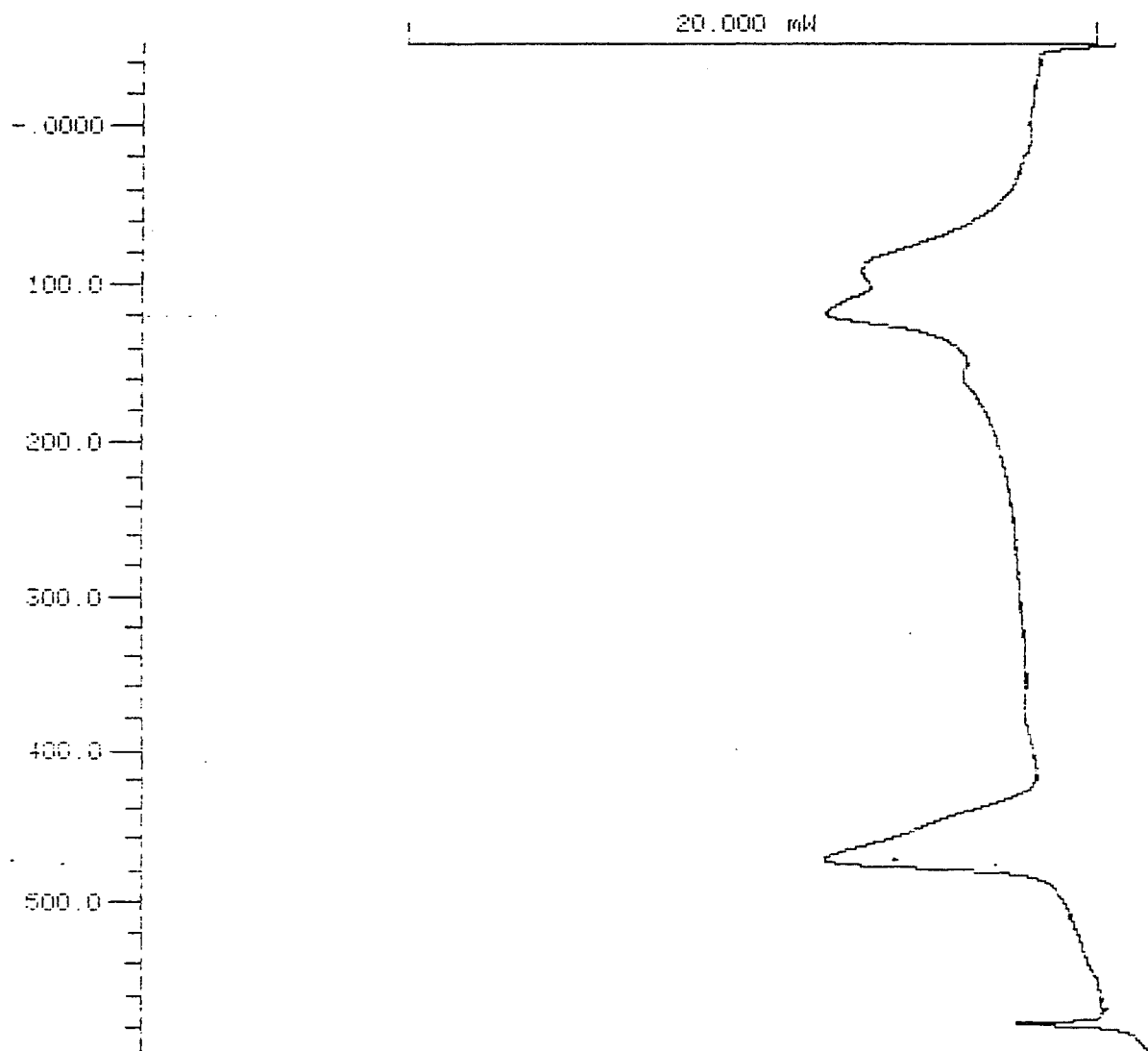
START TEMP. °C	-50
RATE K/MIN.	10
END TEMP. °C	600
TIME ISO. MIN.	0
PLOT CM	15
RANGE FS mW	35
OFFSET °/°	80
PAN TYPE 1/2	1
LIMIT mW	0
SCREEN	
DYN/ISO 1/2	1
START	-50
END	600
BASELINE TYPE	1
PLOT CM	10
PLOT MODE	1

IDENT. NO.	1
WEIGHT mg	16.6

I 2 • TÉMOIN

TEMPERATURE °C

HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->



Courbe DSC de -50°C à +600°C, échantillon I 2

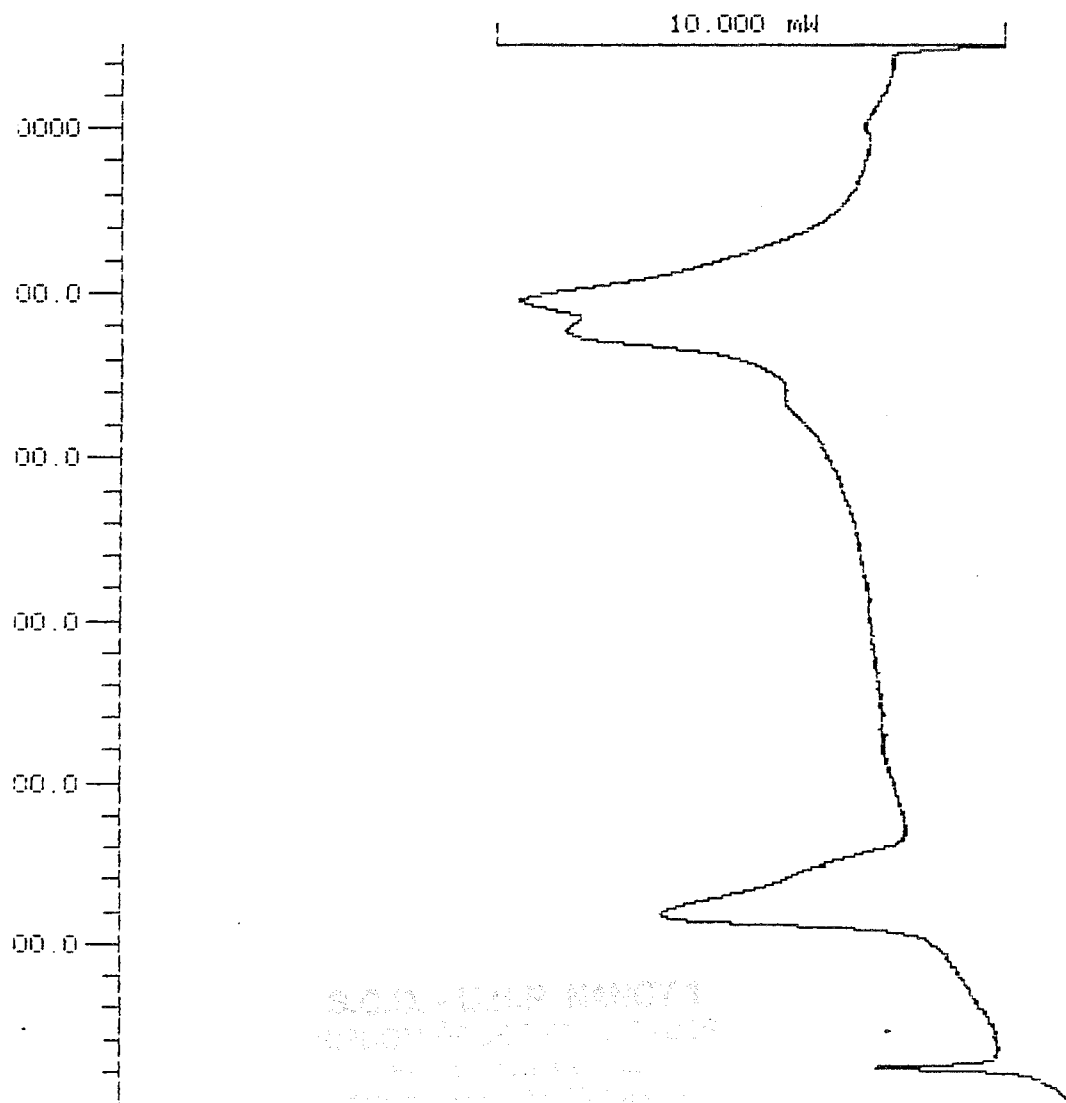
SCAN PARAMETERS

START TEMP. °C	-50
RATE K/MIN.	10
END TEMP. °C	600
TIME ISO. MIN.	0
PLOT CM	15
RANGE FS mW	25
OFFSET °/°	70
PAN TYPE 1/2	1
LIMIT mW	0
SCREEN	
DYN/ISO 1/2	1
START	-50
END	600
BASELINE TYPE	1
PLOT CM	10
PLOT MODE	1

IDENT. NO.	2
WEIGHT mg	16.9

I5

TEMPERATURE °C

HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->

SCREEN

16-NOV-98 12:18

SCAN PARAMETERS

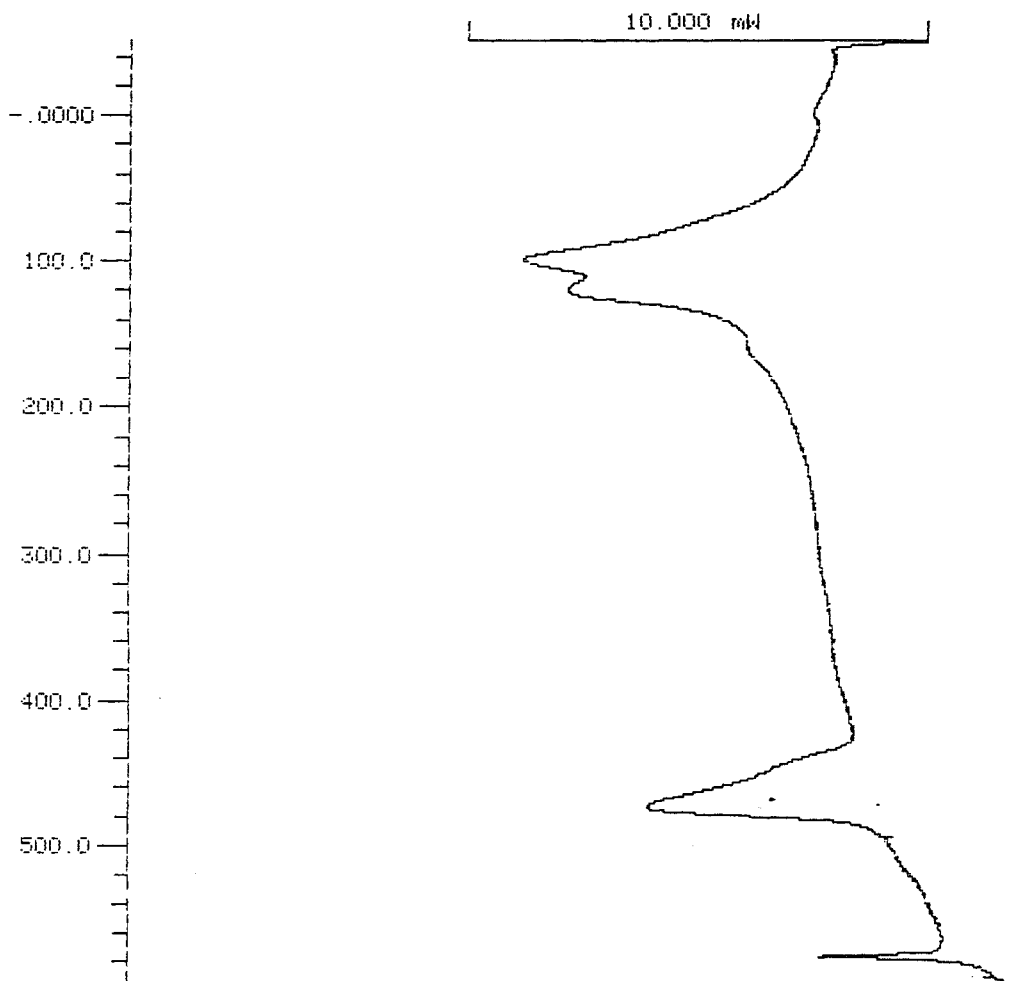
START TEMP. °C	-50
RATE K/MIN.	10
END TEMP. °C	600
TIME ISO. MIN.	0
PLOT CM	15
RANGE FS mW	25
OFFSET °/°	70
PAN TYPE 1/2	1
LIMIT mW	0
SCREEN	
DYN/ISO 1/2	1
START	-50
END	600
BASELINE TYPE	1
PLOT CM	10
PLOT MODE	1

IDENT. NO.	3
WEIGHT mG	16.4

I 25

TEMPERATURE °C

HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->



Courbe DSC de -50°C à +600°C, échantillon I 23

16-NOV-98 14:25

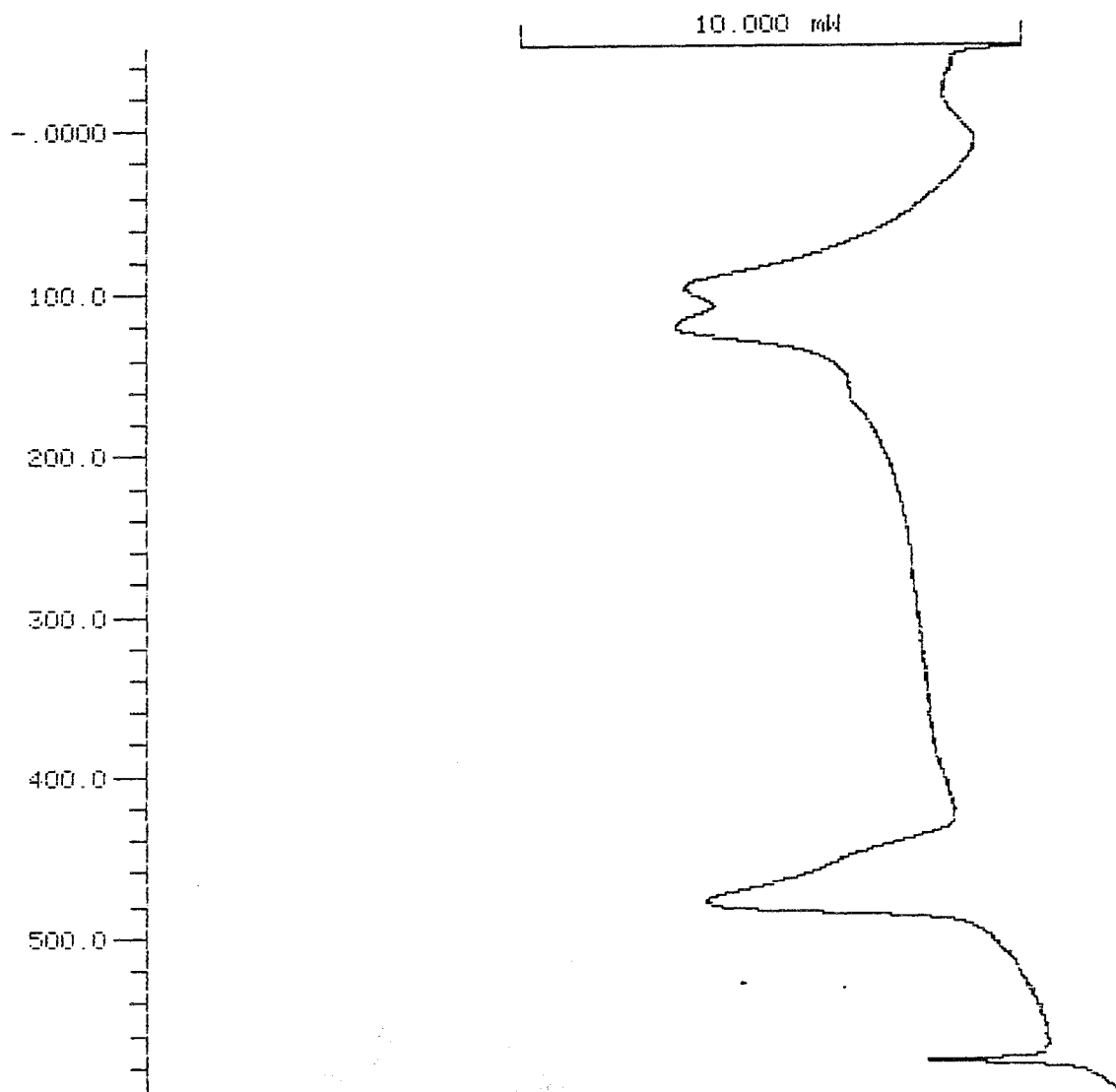
SCAN PARAMETERS

START TEMP. °C	-50
RATE K/MIN.	10
END TEMP. °C	600
TIME ISO. MIN.	0
PLOT CM	15
RANGE FS mW	25
OFFSET %	70
PAN TYPE 1/2	1
LIMIT mW	0
SCREEN	
DYN/ISO 1/2	1
START	-50
END	600
BASELINE TYPE	1
PLOT CM	10
PLOT MODE	1
IDENT. NO.	4
WEIGHT mG	16.6

I 29

TEMPERATURE °C

HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->



END SCREEN °C

Courbe DSC de -50°C à +600°C, échantillon I 29

370.0

SCREEN

22-DEC-98 9:14

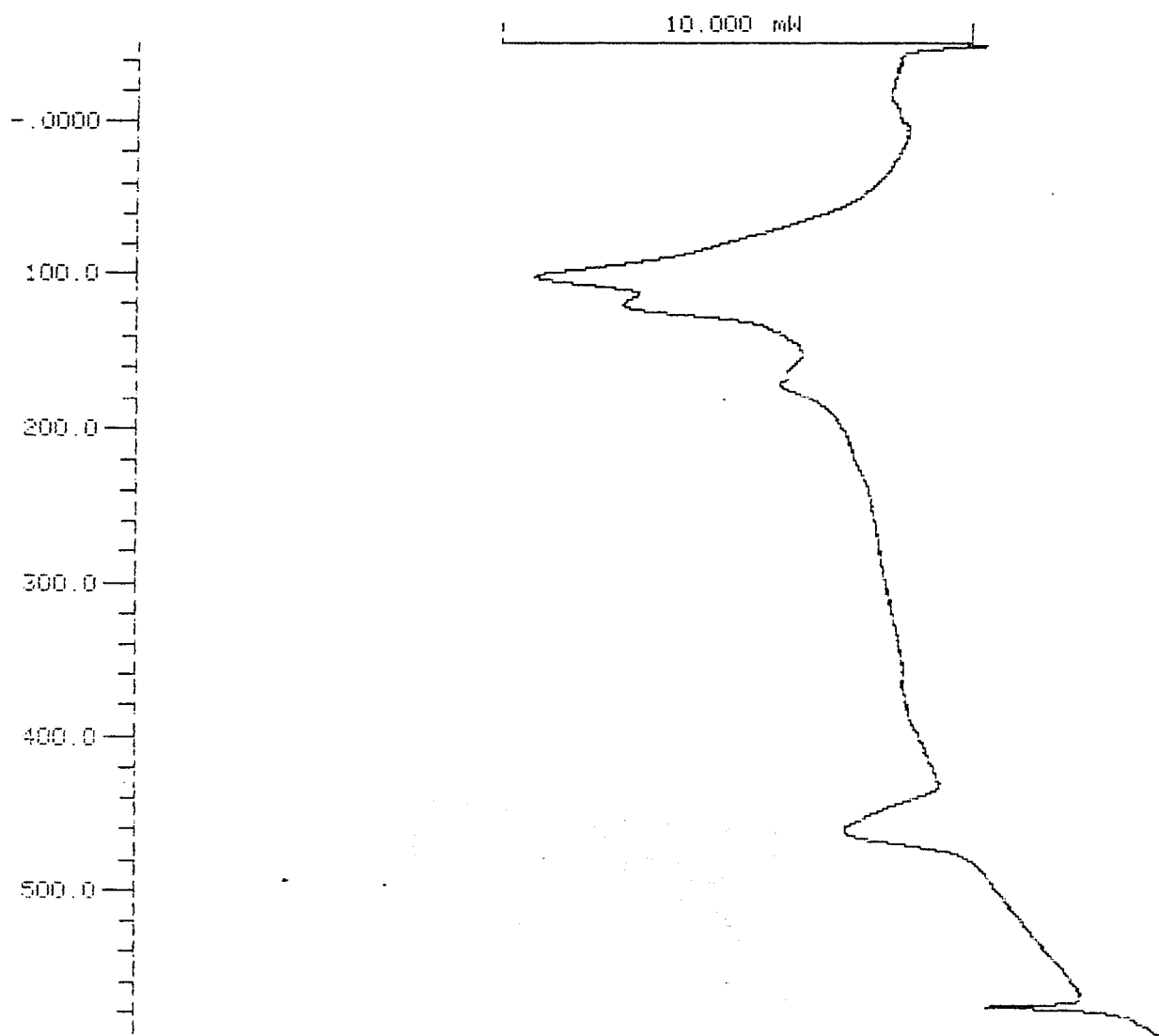
III.3

CEM III Teman.

SCAN PARAMETERS		
START TEMP. °C		-50
RATE K/MIN.		10
END TEMP. °C		600
TIME ISO. MIN.		0
PLOT CM		15
RANGE FS mW		25
OFFSET °/°		70
PAN TYPE 1/2		1
LIMIT mW		0
SCREEN		
DYN/ISO 1/2		1
START		-50
END		600
BASELINE TYPE		1
PLOT CM		10
PLOT MODE		1
IDENT. NO.		3.3
WEIGHT mG		15.0

TEMPERATURE °C

HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->



Courbe DSC de -50°C à +600°C, échantillon III 3

22-DEC-98 11:03

SCAN PARAMETERS

START TEMP. °C	-50
RATE K/MIN.	10
END TEMP. °C	600
TIME ISO. MIN.	0
PLOT CM	15
RANGE FS mW	25
OFFSET °/°	70
PAN TYPE 1/2	1
LIMIT mW	0
SCREEN	
DYN/ISO 1/2	1
START	-50
END	600
BASELINE TYPE	1
PLOT CM	10
PLOT MODE	1

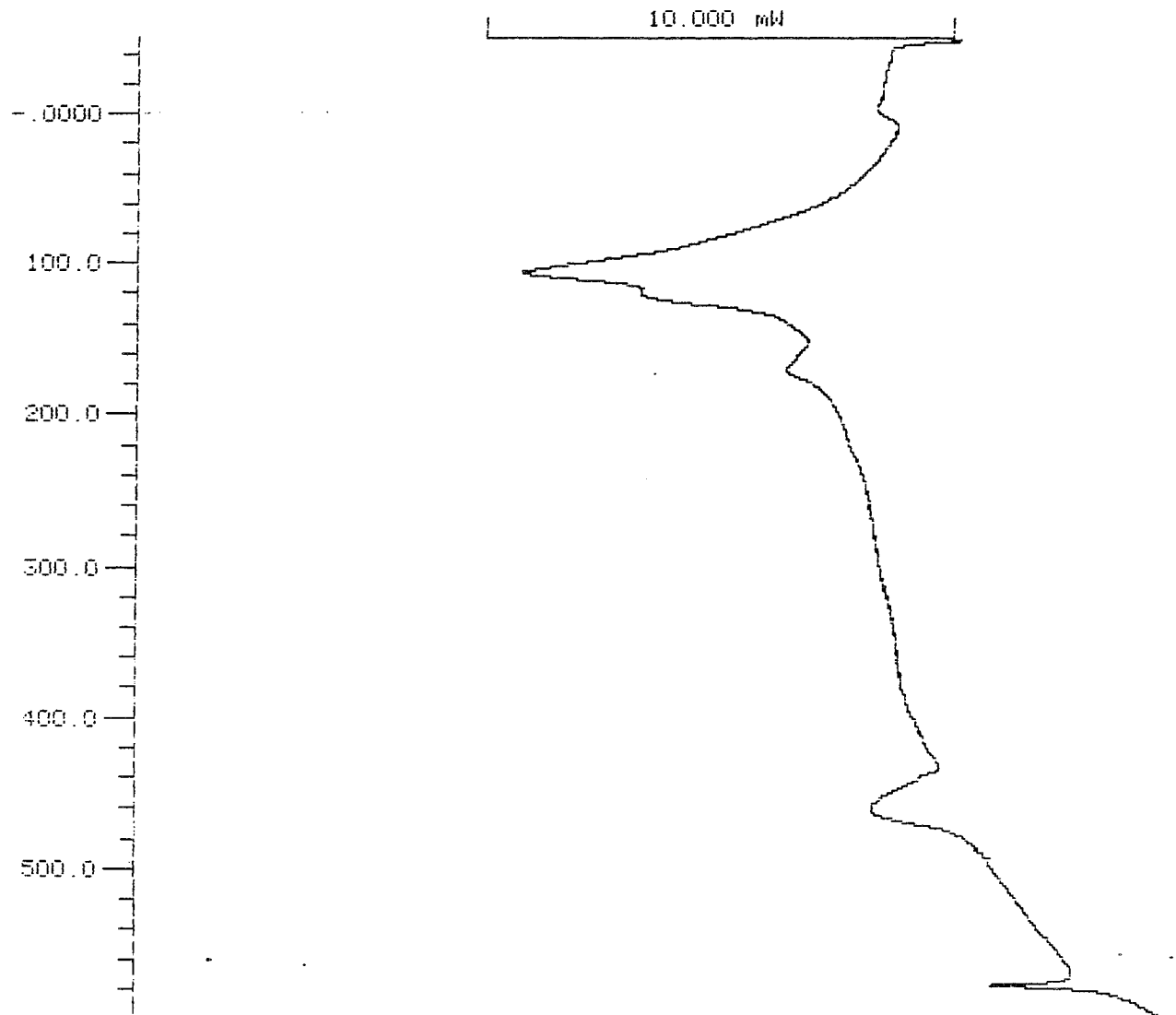
III.5

CEM III + Perlite

IDENT. NO.	3.5
WEIGHT mG	14.9

TEMPERATURE °C

HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->



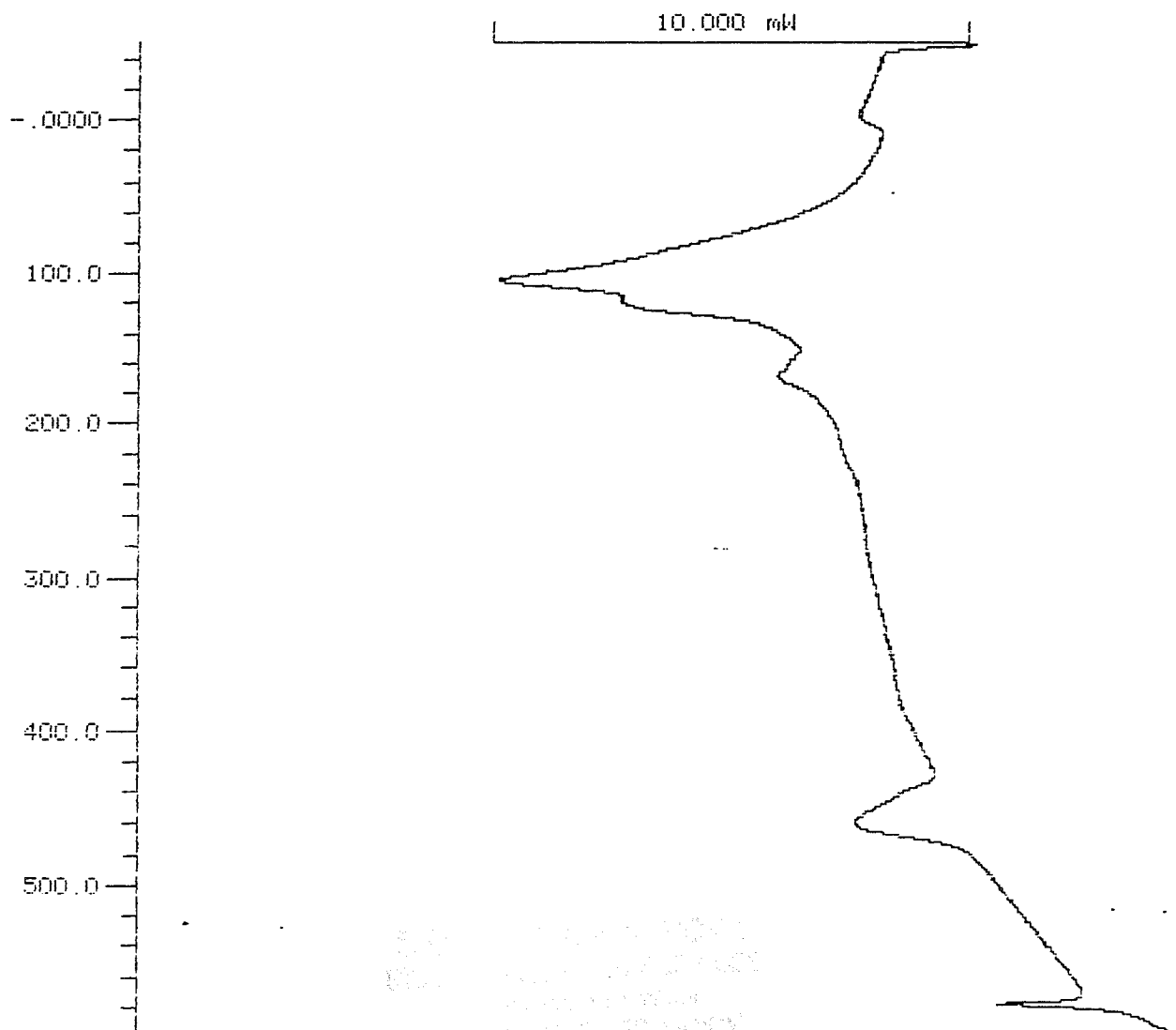
END SCREEN Courbe DSC de -50°C à +600°C, échantillon III 5

22-DEC-98 12:25

CEM III + Speed Plus

SCAN PARAMETERS	
START TEMP. °C	-50
RATE K/MIN.	10
END TEMP. °C	600
TIME ISO. MIN.	0
PLOT CM	15
RANGE FS mW	25
OFFSET %	70
PAN TYPE 1/2	1
LIMIT mW	0
SCREEN	
DYN/ISO 1/2	1
START	-50
END	600
BASELINE TYPE	1
PLOT CM	10
PLOT MODE	1
IDENT. NO.	3.8
WEIGHT mG	16.5

TEMPERATURE °C

HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->

Courbe DSC de -50°C à +600°C, échantillon III 8

22-DEC-98 14:03

III.11

SCAN PARAMETERS

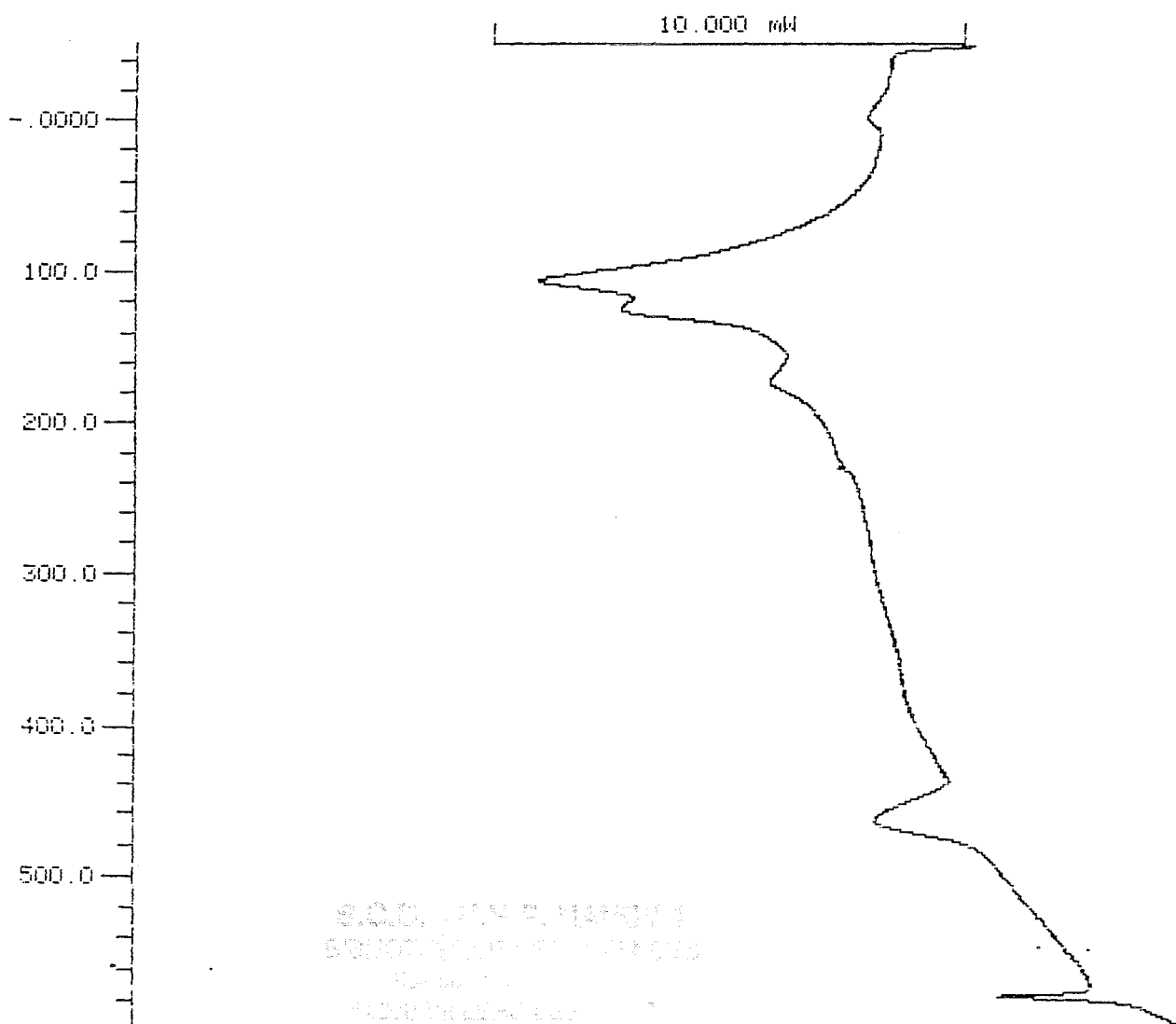
START TEMP. °C	-50
RATE K/MIN.	10
END TEMP. °C	600
TIME ISO. MIN.	0
PLOT CM	15
RANGE FS mW	25
OFFSET °/°	70
PAN TYPE 1/2	1
LIMIT mW	0
SCREEN	
DYN/ISO 1/2	1
START	-50
END	600
BASELINE TYPE	1
PLOT CM	10
PLOT MODE	1

CEM III + UF

IDENT. NO.	3.114
WEIGHT mG	16.1

TEMPERATURE °C

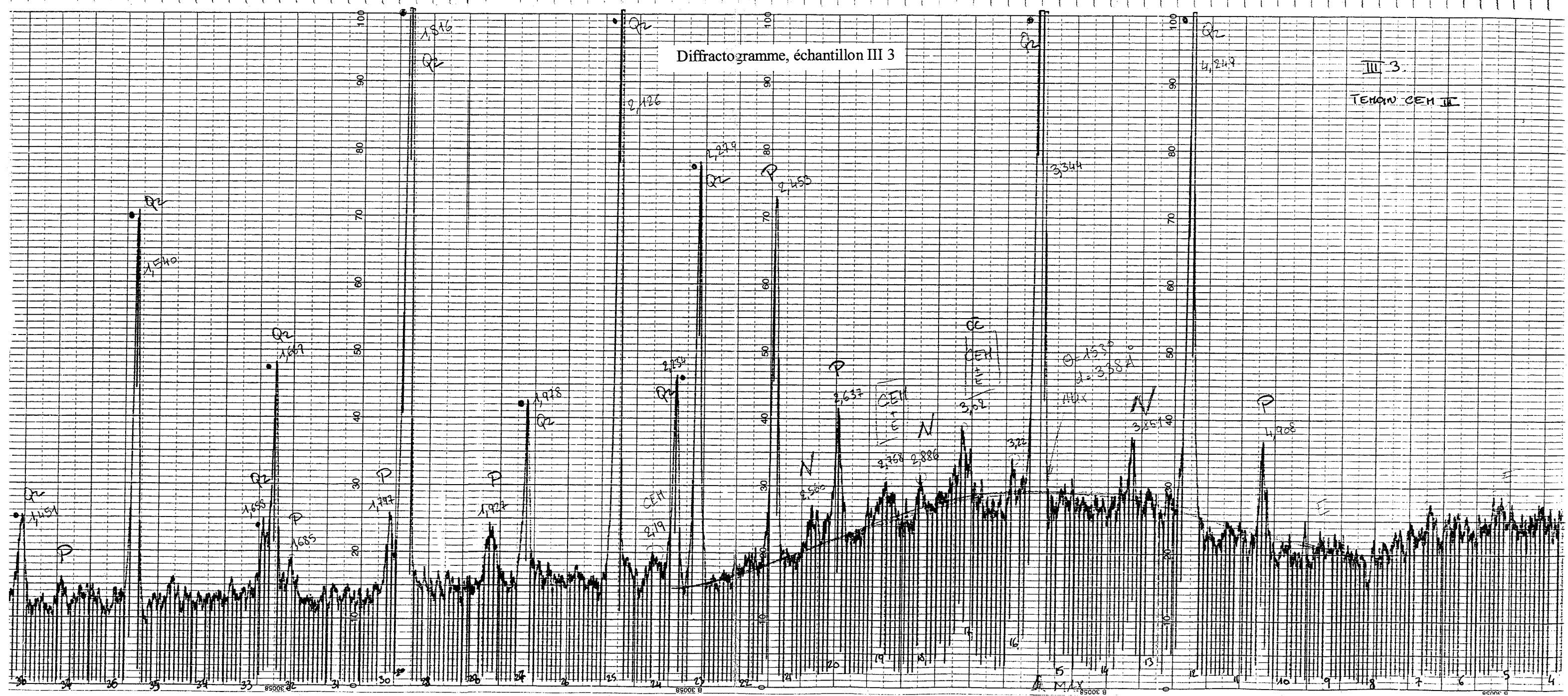
HEAT FLOW
EXOTHERMAL-->



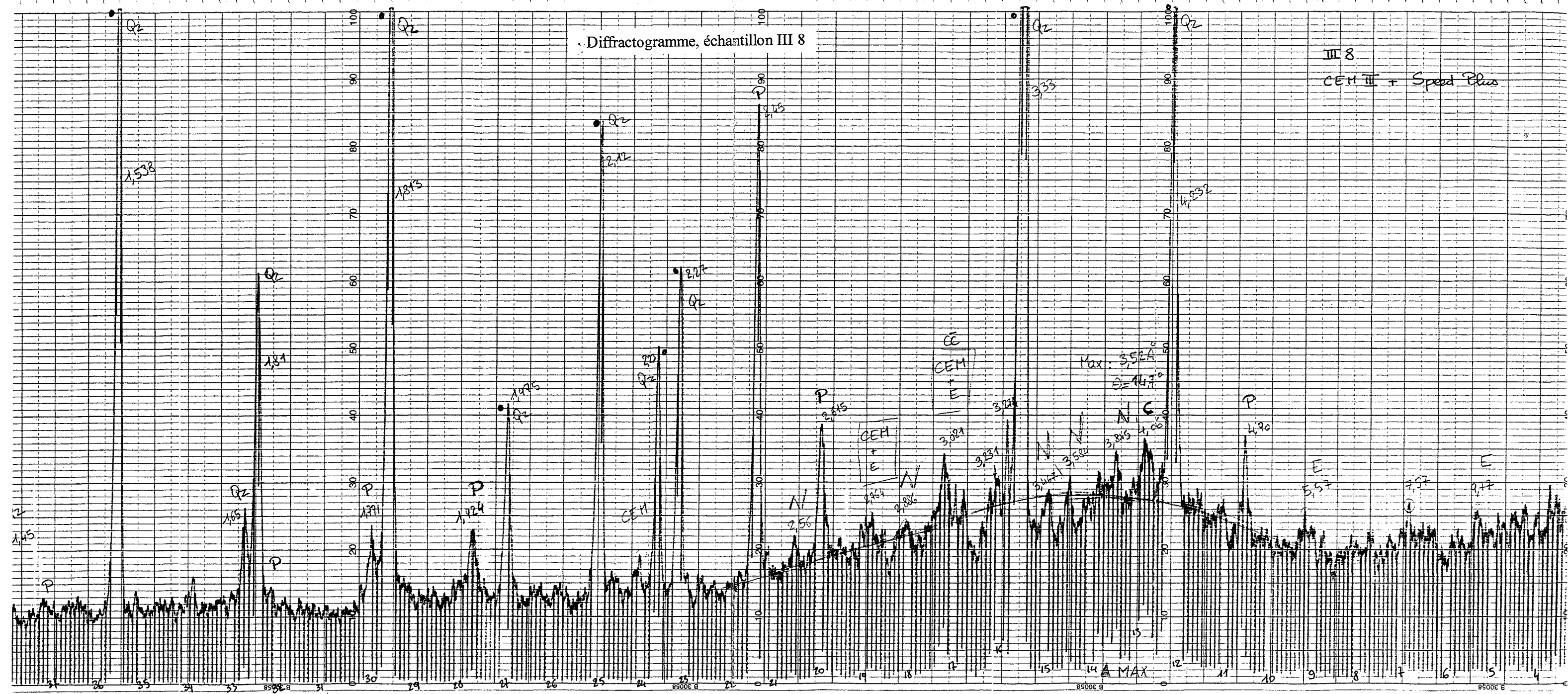
END SCREEN °C Courbe DSC de -50°C à +600°C, échantillon III 11

Diffractogramme, échantillon III 3

III 3.
TEMON CEM III

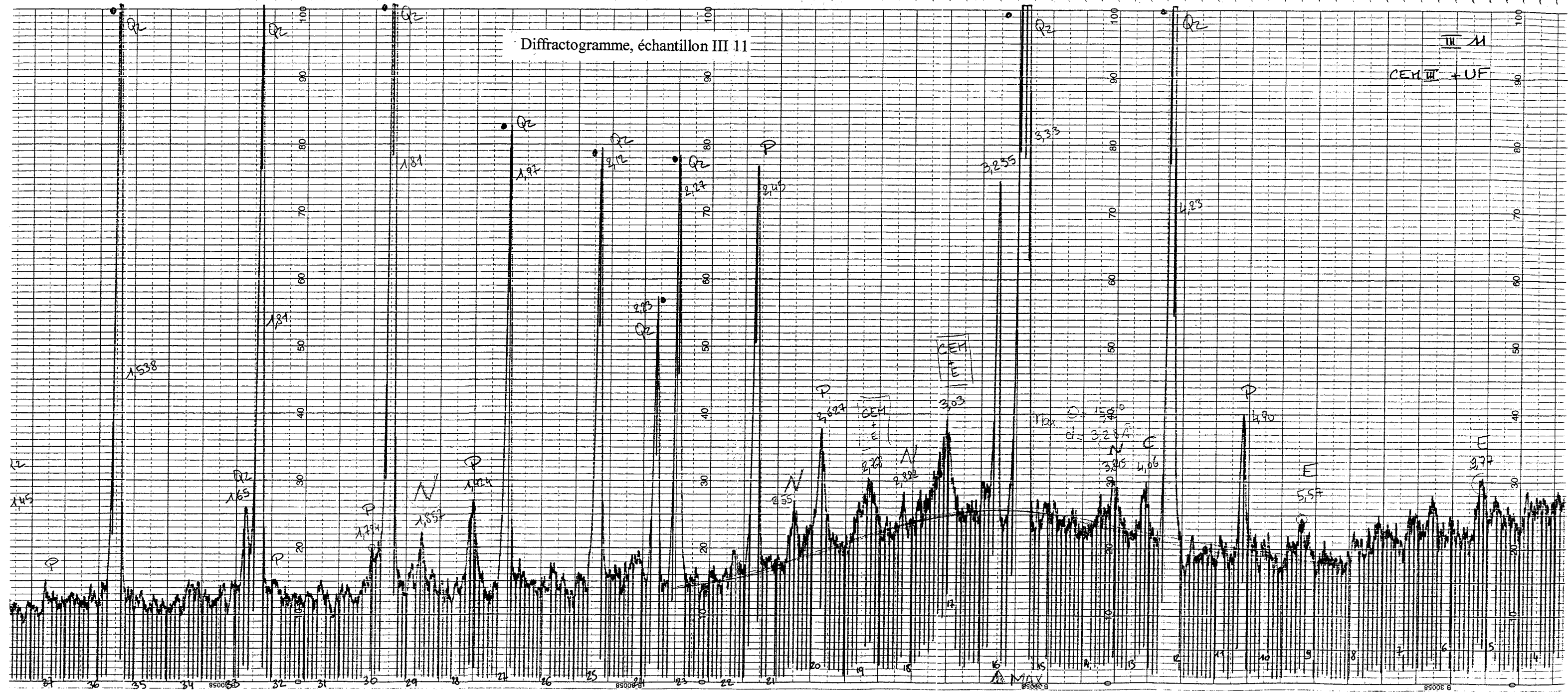


III 8
CEH III + Speed Plus



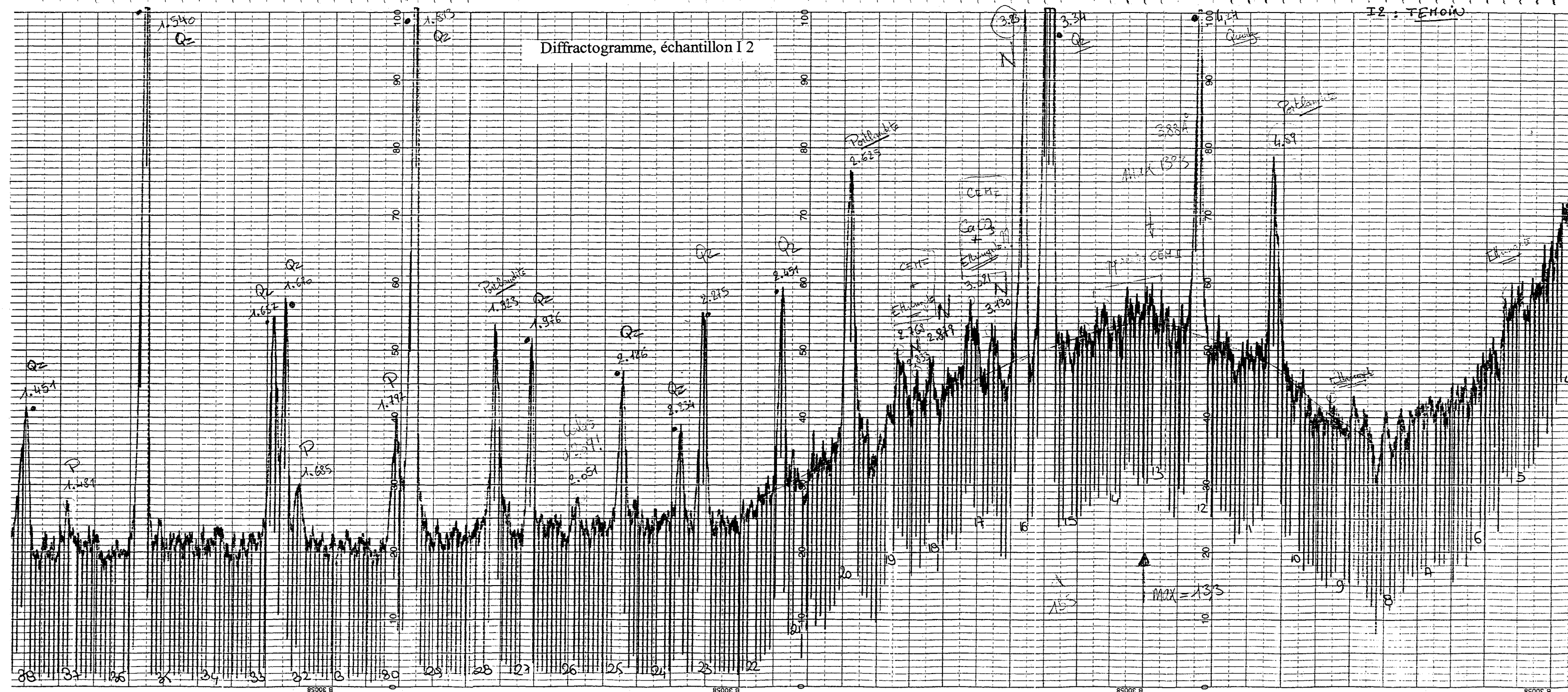
Diffractogramme, échantillon III 11

III M
CEM III + UF



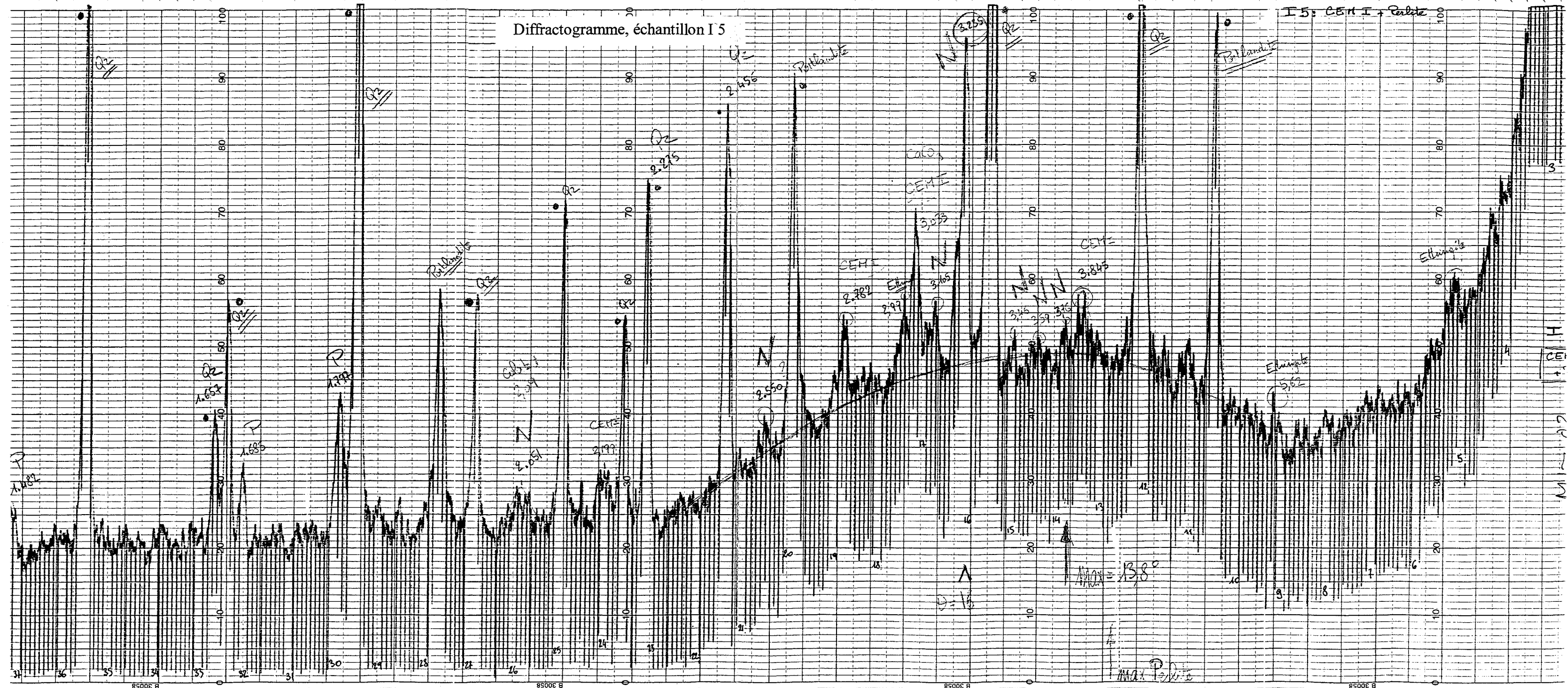
Diffractogramme, échantillon I 2

I 2 : TEMOIN



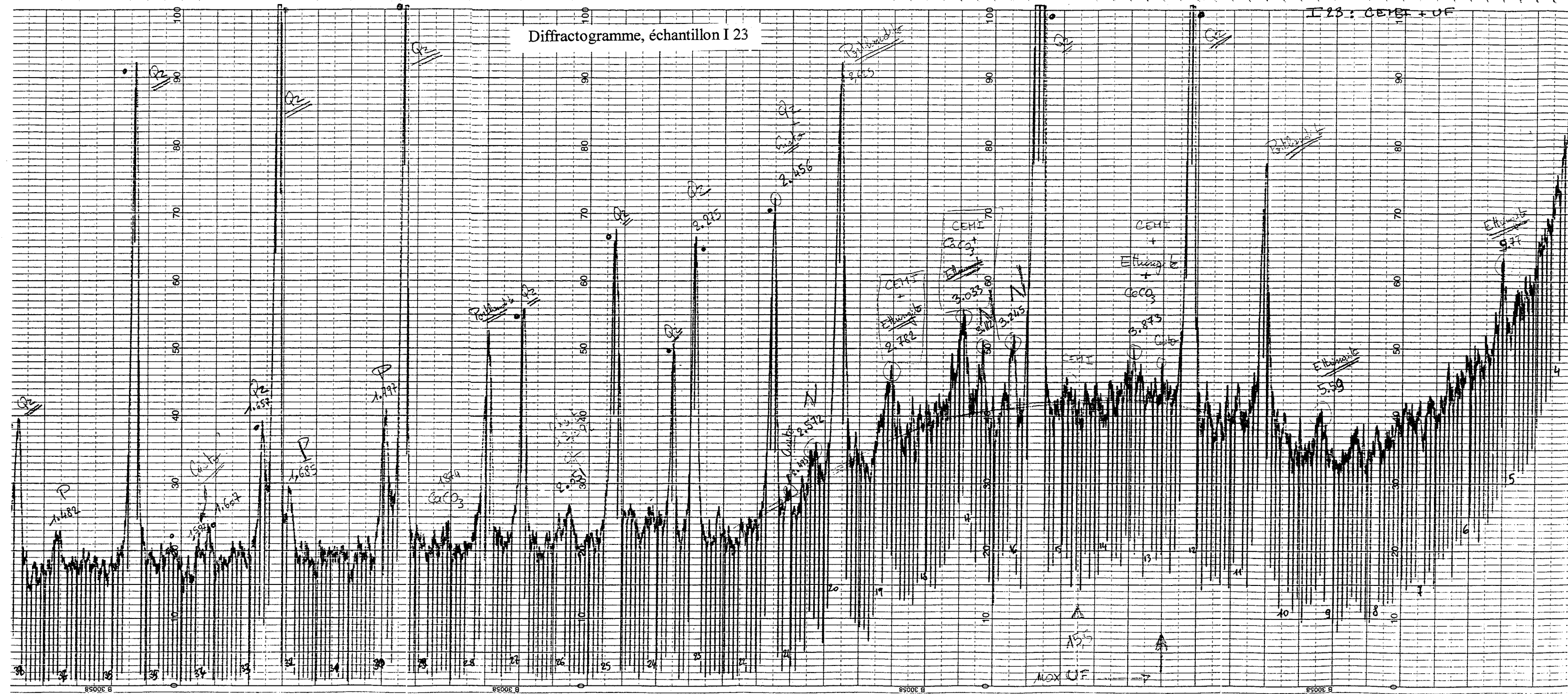
Diffractogramme, échantillon I 5

I 5: CEM I + Perlite



Diffractogramme, échantillon I 23

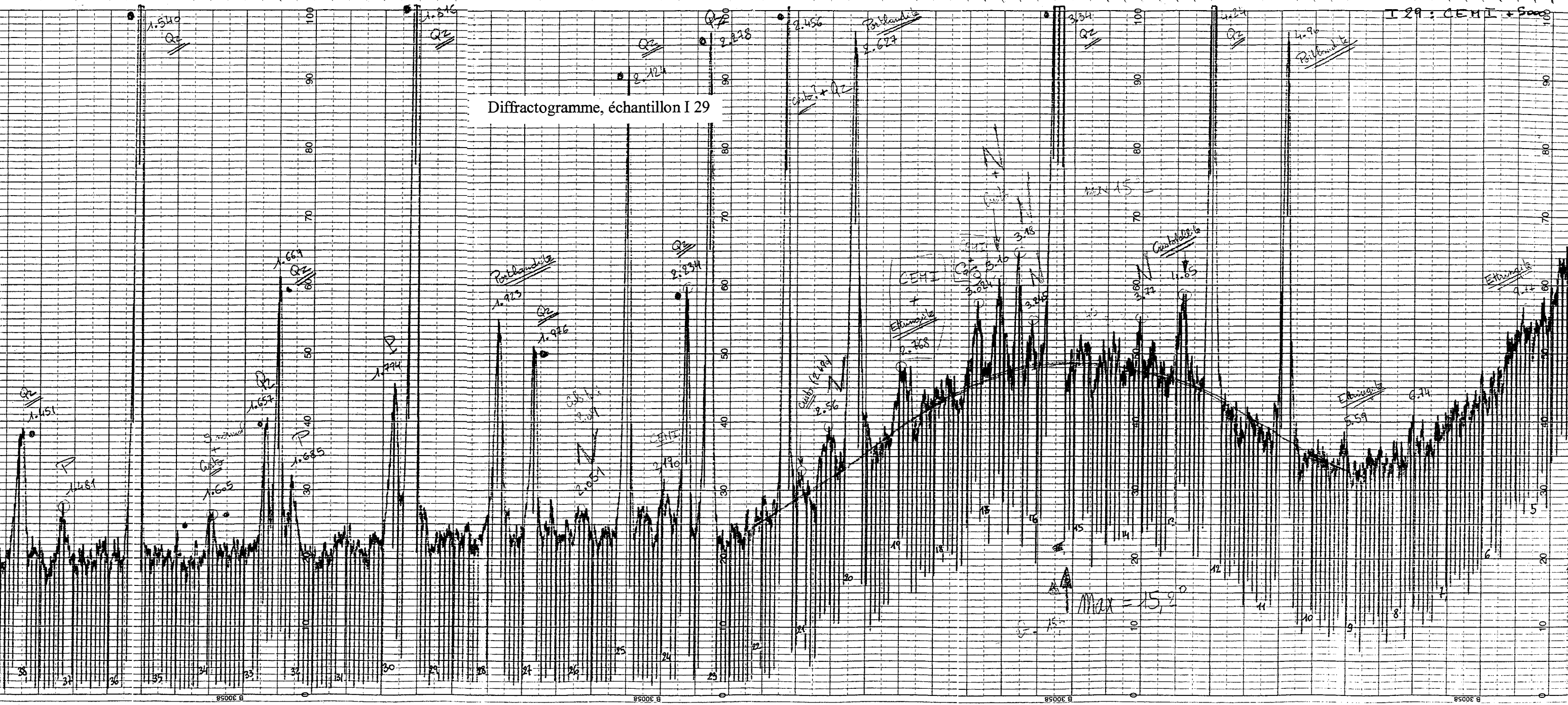
I 23: CEMI + UF



CEMI + UF

Diffractogramme, échantillon I 29

I 29 : CEMI + S0008



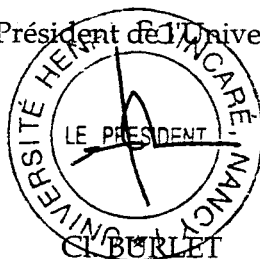
Monsieur MECHLING Jean-Michel

DOCTORAT de l'UNIVERSITE HENRI POINCARÉ, NANCY-I
en GEOLOGIE APPLIQUEE AU GENIE CIVIL

VU, APPROUVÉ ET PERMIS D'IMPRIMER

Nancy, le 17 juillet 2000 n° 388

Le Président de l'Université



RESUME

Les bétons hydrauliques du Grand-Duché du Luxembourg sont fabriqués aujourd'hui presque exclusivement avec les granulats siliceux de Moselle provenant des pays limitrophes (Allemagne, France). Mais ces ressources s'épuisent ou sont gardées en réserve. Le sujet consiste à formuler des bétons utilisant la plus grande proportion possible de matériaux locaux (Grès du Luxembourg), en y incorporant également des résidus industriels dans le but de les éliminer : les kieselguhrs usagés des filtres des brasseries. Actuellement, la majeure partie des kieselguhrs est mise en décharge ou épandue, ce qui pose des problèmes d'odeurs et de santé publique

L'étude des kieselguhrs usagés a montré la nécessité d'éliminer la matière organique retenue au cours de la filtration de la bière. Un procédé de traitement par calcination a donc été mis au point. Des mesures réalisées indépendamment sur les principaux composants des filtres de brasseries (diatomites calcinées, diatomites fluxées et perlite) ont fourni des paramètres de base pour la formulation des bétons (masses volumiques, absorption, porosité...). Des essais ont montré et quantifié la grande réactivité pouzzolanique de ces produits ainsi que les effets générés sur les propriétés mécaniques des liants hydrauliques. Des analyses de chimie minérale menées à long terme ont confirmé ces résultats et ont permis d'analyser en détail les réactions chimiques mises en jeu.

L'optimisation théorique des bétons a été effectuée grâce aux récents modèles de calcul des compacités des mélanges granulaires. Elle a permis d'orienter les essais expérimentaux, qui ont servi à définir des abaques de formulation et comprendre le comportement de ces bétons de grès. Les propriétés de ces bétons à l'état frais ne sont pas modifiées par l'incorporation des kieselguhrs usagés, retraités. Ces produits employés à des doses suffisantes permettent d'améliorer les résistances mécaniques et modifier certaines propriétés intrinsèques des bétons.

Mots-clés

Kieselguhr, diatomite, perlite, pouzzolane, recyclage, béton, ciment, brasserie.

SUMMARY

Most Luxembourg's concretes are usually made with frenchs and germans siliceous alluvial granulates of Moselle, but those reserves are preserved or protected. Our study was allowed formulation concretes using the local materials higher proportion (Luxembourg Sandstone) and industrials residues (used kieselguhrs from brewery filters) in the own of their elimination. Actually, used kieselguhrs are stocked in rubbish dump or spreaded, that cause many problems as volume stockage, smells and public health.

Used kieselguhrs study revealed the necessity of elimination of the organic matter accumulate during beer filtration. A burning process has been work out. Independents measures realized on the principles brewery filters components (diatomeous earth, perlite) gave concrete formulation parameters (bulk density, absorption, porosity...). Some tests quantified the great pozzolanic reactivity of those products and their effects on concrete mechanical characteristics. Long-range chemicals analysis confirmed precedents results and supply details on chemicals reactions between pozzolanas and cement compounds.

Theoretical optimization concrete has been effected with the recents models of granular mix calculus packing density. It permits to define the experimentals studies that serve to elaborate abacus and to understand gritty concretes comportment. Freschs concretes characteristics don't change with adjunction of burned kieselguhrs, contrary to mechanical resistivity that increases.

Key-words

Kieselguhrs, diatomeous earth, perlite, pozzolana, recycling, concrete, cement, brewery.