



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>

THESE

Présentée par

Phuc Lam DAO

En vue de l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré

Spécialité : **Génie Civil**

**Valorisation des laitiers LWS
dans les mélanges granulaires**

Soutenue publiquement le
09 juillet 2010

Membres du jury

Rapporteurs

F. De Larrard, HDR, Direction Scientifique LCPC
G. Escadeillas, Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse

Examineurs

C. Diliberto, Maître de Conférences, Université Henri Poincaré
M. Lachi, Professeur, Université de Reims
A. Lecomte, Professeur, Université Henri Poincaré,
M. Sommier, Responsable Qualité & Environnement, Société SLAG, Thionville



IJL- Institut Jean Lamour
UMR 7198 - CNRS - Nancy-Université - UPV-Metz
CP2S – 207 Matériaux pour le Génie Civil
IUT Nancy Brabois, Le Montet
54601 Nancy - Villers les Nancy



Société Lorraine d'AGrégats
59 rue de Metz
57190 Thionville

Avant- Propos

Cette étude a été réalisée au sein de l'équipe 207 « Matériaux pour le Génie Civil » du département CP2S de l'Institut Jean Lamour, Université Henri Poincaré Nancy 1, dans le cadre de la convention CIFRE avec la Société Lorraine d'Agrégats (SLAG) de Thionville. Je tiens à remercier chaleureusement cette société pour m'avoir proposé ce sujet, pour son accueil et pour les moyens donnés grâce auxquels ce travail de thèse a été effectué dans de bonnes conditions.

Je présente mes remerciements respectueux à Monsieur Mohammed LACHI, professeur à l'Université de Reims Champagne Ardenne, pour avoir accepté de présider le jury de soutenance. Je remercie sincèrement aussi mon ancien professeur à l'Université Paul Sabatier de Toulouse, Monsieur Gilles ESCADEILLAS, ainsi que Monsieur François De LARRARD, de la direction scientifique du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées de Nantes, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce manuscrit, pour le grand intérêt qu'ils ont témoigné vis-à-vis des études réalisées et pour la pertinence de leurs remarques.

J'adresse également mes sincères remerciements à Madame Maud SOMMIER, Ingénieur, Responsable Qualité & Environnement à la société SLAG, pour avoir suivi mes recherches durant ces trois années, et pour avoir accepté d'être membre du jury. Je tiens à souligner qu'il m'aurait été difficile de mener cette étude sans le soutien financier, les moyens matériels, les matériaux et la confiance de SLAG, et de Madame SOMMIER en particulier. Les journées de travail au siège de SLAG à Thionville ou au chantier de Moyeuvre-Grande m'ont permis de découvrir le monde du travail professionnel et l'ambiance amicale d'une entreprise française. Un grand merci de ma part s'adresse aussi à Messieurs Patrick BRUNCHER et Vincent BASUYAU, anciens directeurs de SLAG, et à Monsieur Philippe BASSO, son directeur actuel. Je pense également à Monsieur Philippe MOLLICONE, chargé de commerce, à Monsieur Pascal POGGI, Responsable Administratif & Financier, au personnel administratif et comptable de la société, et à tous les ouvriers du chantier de Moyeuvre-Grande (notamment à Karim et Frank...).

Je tiens à remercier tout particulièrement Madame Cécile DILIBERTO, Maître de Conférences à l'Université Henri Poincaré de Nancy, mon encadrant d'étude. Elle a suivi au quotidien l'évolution de ma recherche, et elle m'a apporté son éclairage et son aide précieuse au moment de la caractérisation des matériaux, étape indispensable à leur valorisation. Travailler ensemble m'a été très bénéfique. Elle n'a ménagé aucun effort, tant pour le démarrage que pour l'aboutissement de cette thèse. Elle a consacré beaucoup de temps à corriger la première partie de ce manuscrit, tant pour l'aspect orthographique du français que pour l'aspect scientifique. Les essais thermiques, chimiques, de diffraction des rayons X, de teneur en chaux Leduc, etc. n'ont pu être faits que grâce à son sérieux, son professionnalisme et sa compétence. Je tiens à te remercier largement pour tous les conseils précieux que tu m'as prodigué, Cécile !

Je souhaite vivement exprimer ma profonde vénération et sincère gratitude à Monsieur André LECOMTE, Professeur à l'Université Henri Poincaré de Nancy, mon directeur de thèse. Tout d'abord, je lui suis reconnaissant de m'avoir donné l'opportunité de réaliser cette étude intéressante. Ce travail n'aurait jamais vu le jour sans sa ténacité et son aide efficace et de qualité, sa patience et sa gentillesse. Durant 3 ans, j'ai avancé pas à pas sous sa direction. Sa rigueur scientifique et ses conseils éclairés ont largement contribué à la réussite de cette thèse. Sa créativité sur les travaux expérimentaux et théoriques m'a initié à cette recherche. Les discussions avec lui m'ont ouvert toujours de nouvelles pistes permettant de faire avancer mon travail. J'ai bénéficié de beaucoup de ses connaissances et de son expérience. Sa disponibilité permanente a permis de débloquer des situations difficiles, quand le doute s'emparait de moi. Merci pour les heures et les jours passés soit dans votre bureau, soit dans le mien, soit dans la salle du travail expérimental, soit dans votre voiture à m'avoir expliqué, appris et aidé à faire mes études. En particulier, il m'a aidé à écrire les trois derniers chapitres de ma thèse portant sur les modélisations. Ses idées et sa compétence scientifique ont contribué beaucoup à l'écriture des nouveaux modèles présentés dans cette thèse. J'ai appris également sa rigueur en écriture scientifique à travers sa correction de la rédaction de ma thèse. J'exprime à mon directeur de thèse, André LECOMTE, ma reconnaissance sincère pour sa confiance, son soutien et ses encouragements durant les 3 années passées !

Les travaux de ma thèse se sont déroulés principalement à l'IUT de Nancy Brabois, où j'ai pu bénéficier d'un accueil chaleureux et d'aides précieuses. Un grand merci à François DESNOUVAUX, chef du département «Génie Civil», à Jean-Michel MECHLING qui se moque toujours de moi avec son humour, à Essia BELHADJ avec qui j'ai eu la joie de partager mon bureau, et plus particulièrement à mon « Grand » Olivier, mon « petit papa » Paul pour leurs services mécaniques et leur aide pour la fabrication des matériels nécessaires à mes travaux expérimentaux. Votre présence ou vos pensées le jour de ma soutenance de thèse ont été pour moi quelque chose de fort qui s'appelle « amitié ». Je vous adresse toute ma sympathie !

Enfin, je tiens à remercier du profond de mon cœur mes parents :

Thi Nhu NGUYEN
Ngoc Thoai DAO

pour leurs soutiens constants et inconditionnels, leurs efforts et leurs sacrifices et pour m'avoir encouragé depuis le début. Ils sont les véritables moteurs de ma persévérance. Merci pour tout ce que vous avez fait depuis 29 ans et pour tout ce que vous continuez de faire. Je suis vraiment content que ma mère ait pu être présente le jour de ma soutenance. Ce fut pour moi le bonheur le plus significatif, le rêve le plus grand devenu réalité. J'associe également ici mes sœurs Thu Lan, Hong Thuy, mon frère Lam Que, et mes neveux Pham Gia Khanh, Nguyen Trung Thanh, Nguyen Trung Duc.

Toute cette aventure restera gravée à jamais dans ma mémoire ...

SOMMAIRE

Introduction	9
Chapitre 1 : Etude bibliographique sur l'origine, les variétés, et les utilisations actuelles des laitiers d'aciérie de conversion.....	17
1.1 Origine et variétés des laitiers de convertisseur à oxygène (LAC)	19
1.1.1 Procédé de fabrication	19
1.1.2 Variétés des laitiers d'aciérie (laitiers de convertisseur à oxygène)	23
1.1.2.1 Procédé d'affinage à oxygène par le haut du convertisseur (laitier LD)	24
1.1.2.2 Procédé d'affinage à l'oxygène par le fond du convertisseur (LWS)	25
1.1.2.3 Procédé d'affinage à oxygène mixte	27
1.2 Caractéristiques physico-chimiques des laitiers, textes de référence.....	28
1.2.1 Caractéristiques minéralogiques, physico-chimiques, mécaniques et environnementales.....	28
1.2.1.1 Caractéristiques chimiques.....	28
1.2.1.2 Caractéristiques minéralogiques	29
1.2.1.3 Caractéristiques physiques	29
1.2.1.4 Oxyde de calcium – chaux	32
1.2.1.5 L'oxyde de magnésium.....	38
1.2.1.7 Caractéristiques environnementales	39
1.2.2 Textes spécifiques de référence.....	40
1.2.2.1 Réglementation.....	40
1.2.2.2 Critères de la teneur en chaux libre, magnésie libre et de la stabilité dimensionnelle des ouvrages utilisant le laitier d'aciérie de conversion.	41
1.2.2.3 Critères environnementaux	43
1.3 Utilisations actuelles des LAC et traitements	43
1.3.1 Applications actuelles	44
1.3.1.1 Mise en stock et recyclage en sidérurgie.....	44
1.3.1.2 Traitement de sols	45
1.3.1.3 Utilisation en agriculture	46
1.3.1.4 Utilisation en infrastructure routières.....	46
1.3.1.5 Utilisation en travaux hydrauliques.....	51
1.3.1.6 Utilisation en cimenterie :	51
1.3.2 Traitements des laitiers d'aciérie.....	52
1.3.2.1 Abaissement de granularité : concassage et criblage	52
1.3.2.2 Vieillissement naturel.....	53
1.3.2.3 Vieillissement artificiel	54
1.3.2.4 Traitement par le dioxyde de carbone	55
1.3.2.5 Neutralisation de la chaux par des sels acides et par l'ajout de sous-produits industriels.	55
1.3.2.6 Conclusion :.....	56

1.4	Conclusion.....	56
Chapitre 2 : Caractérisation des LAC LWS..... 59		
2.1	Origine et référence des matériaux.....	61
2.2	Propriétés chimiques et minéralogiques.....	62
2.2.1	Composition chimique et minéralogique	62
2.2.2	Analyse par diffraction X.....	64
2.2.3	Microsonde de Castaing	66
2.2.4	Analyse au MEB	68
2.3	Teneur en chaux libre	69
2.3.1	Principe de la méthode de Leduc	69
2.3.2	Mode opératoire	70
2.3.3	Résultats	71
2.3.4	Evolution de la teneur en chaux libre selon la taille et au sein des granulats ..	72
2.3.4.1	Evolutivité des LAC dans le temps	74
2.4	Teneur en magnésie libre	80
2.5	Propriétés physiques.....	80
2.5.1	Masse volumique absolue (MVA)	80
2.5.1.1	Mode opératoire	81
2.5.1.2	Résultats	81
2.5.2	Masse volumique réelle (MVR)	82
2.5.2.1	Mode opératoire	82
2.5.2.2	Echantillons	84
2.5.2.3	Résultats	85
2.5.3	Surface spécifique	87
2.5.3.1	Principe.....	87
2.5.3.2	Mode opératoire	87
2.5.3.3	Résultats	87
2.5.4	Compacité d'empilement granulaire	88
2.5.4.1	Matériel	88
2.5.4.2	Mode opératoire	89
2.5.4.3	Résultats	90
2.6	Conclusions	92
Chapitre 3 : Etude et modélisation de la dégradation des LAC en milieu aqueux..... 95		
3.1	Problématiques et démarche de l'étude.....	97
3.2	Etude du délitement des grains de LAC dans un autoclave	98
3.2.1	Matériaux et mode opératoire.....	98
3.2.2	Résultats	99
3.2.2.1	Suivi photographique de la dégradation des grains (fraction 31,5/40).....	99
3.2.2.2	Masse volumique réelle et courbe granulométrique.....	100
3.2.3	Conclusion.....	102
3.3	Evolution de la dégradation des LAC dans le temps, en milieu aqueux.....	103
3.3.1	Protocoles opératoires	104
3.3.1.1	Coupures 0.16/0.2, 0.8/1, 3.15/4	104
3.3.1.2	Coupures 10/12,5, 25/31,5 et 50/63	104

3.3.2	Résultats	105
3.3.2.1	Modes de dégradation :	105
3.3.2.2	Dégradation en fonction du faciès.....	107
3.3.2.3	Dégradation en fonction de la taille	107
3.3.2.4	Dégradation en fonction du temps/température	107
3.4	Évolution de la concentration de la chaux dégagée dans le bain aqueux.....	108
3.4.1	Mode opératoire	108
3.4.2	Résultats	109
3.4.2.1	Concentration de la chaux dans le bain en fonction de la teneur en chaux libre des LAC	109
3.4.2.2	Concentration de la chaux en fonction de la température/temps	111
3.4.2.3	Concentration de la chaux en fonction de la taille/temps.....	113
3.5	Étude granulométrique	114
3.6	Modélisation.....	117
3.6.1.1	Taux de dégradation	117
3.7	Conclusion.....	119
Chapitre 4 : Étude et modélisation du gonflement à la vapeur des LAC		121
4.1	Présentation de l'étude et de la démarche	123
4.2	Essais « Steam Test »	124
4.2.1	Principe de l'essai et mode opératoire.....	124
4.2.2	Préparation et compactage des prises d'essai.....	125
4.2.3	Mode opératoire	126
4.2.4	Calcul d'expansion.....	127
4.2.5	Résultats	127
4.3	Utilisation du moule CBR pour mesurer l'expansion à la vapeur.....	128
4.3.1	Matériel et mode opératoire	128
4.4	Mesures	131
4.4.1	Mesures sur des empilements de Fuller	133
4.4.2	Mesures sur des empilements de diverses compacités.....	137
4.4.3	Mesures sur des empilements de granulats de chaux vive.....	139
4.5	Modélisation des courbes d'expansion	140
4.5.1	Évolution de l'expansion maximale en fonction de la compacité.....	142
4.5.2	Évolution des coefficients a et b en fonction de la teneur en chaux libre équivalente	144
4.6	Conclusions	150
Chapitre 5 : Modélisation de l'expansion d'un mélange quelconque du LAC et des granulats inertes.....		151
5.1	Introduction	153
5.2	Relations entre le degré de dégradation et l'expansion volumique à la vapeur.	155
5.3	Modélisation de l'expansion d'un LAC pur avec le MEC.....	157
5.4	Modélisation de l'expansion avec le MEC d'un mélange de LAC et de LHF.....	161
5.4.1	Expériences	161
5.4.2	Simulations.....	163
5.4.3	Prospectives.....	165

5.5 Conclusion.....	167
Conclusions et perspectives.	169
Bibliographie.....	175
Annexes.....	183

Introduction

La valorisation de certains déchets et sous produits industriels dans le domaine du génie civil, tels les laitiers d'aciérie, joue un rôle privilégié dans le contexte du développement durable. Elle permet de préserver les ressources naturelles, de diminuer la production de gaz à effet de serre, d'éviter des mises en décharge contrôlées et coûteuses, etc.

Il existe sur le territoire français trois principaux centres producteurs d'acier qui sont Dunkerque (59), Fos-sur-Mer (13) et Florange (57). Ces sites génèrent annuellement 1,2 millions de tonnes de laitiers d'aciérie [MOTZ *et al.*, 2001]. Le nom commun de ces produits est « laitier d'aciérie de conversion » ou « LAC ». En anglais, ils sont connus sous le nom de « Basic Oxygen Furnace Slag » ou « BOF Slag ».

D'un point de vue réglementaire, selon le décret 2002-540 [DEC, 2002] relatif à la classification des déchets, les laitiers d'aciérie sont référencés sous les numéros 10 02 01 « Déchets des laitiers de hauts fourneaux et d'aciérie ». Ils sont qualifiés de « déchets non dangereux provenant de procédés thermiques », c'est-à-dire qu'ils ne sont ni DIS (déchet industriel spécifique), ni même DIB (déchet industriel banal). Toutefois, selon la récente Directive Cadre 2008/98/CE relative aux Déchets [CTPL, 2009], « les laitiers d'aciérie entrent potentiellement dans le champ des matières amenées à perdre leur statut de déchets ». Ce changement pose des questions en termes d'articulation entre les réglementations

applicables aux produits. Des normes techniques européennes, en cours d'élaboration, permettront de préciser prochainement les usages admis pour les LAC.

Ces laitiers résultent de la transformation de la fonte provenant des hauts-fourneaux en acier, par un procédé d'affinage dans un convertisseur. Deux principaux procédés existent : le procédé Linz-Donawitz (LD) et le procédé Loire-Wendel-Sprunck (LWS), spécifique à la Lorraine. L'opération d'affinage consiste à éliminer un certain nombre d'éléments présents dans le bain, par oxydation en insufflant de l'oxygène pur dans le convertisseur. Il s'agit notamment du silicium, du phosphore, du soufre et d'une partie du carbone. La décarbonatation qui se produit confère alors à l'acier une dureté bien supérieure à celle de la fonte, et l'ajout de différents additifs, essentiellement métalliques, permet d'obtenir des nuances d'aciers spécifiques. L'ajout de chaux en vue de protéger les briques réfractaires du convertisseur et d'extraire les éléments indésirables (pour l'acier), en réagissant avec ceux-ci, apporte aux laitiers une quantité assez importante de chaux libre. Ainsi, la teneur en chaux libre peut varier de 1% à 17% en masse [BOMBAY, 2004]. A l'issue de l'affinage, les laitiers d'aciérie sont coulés liquides dans une cuve de transport puis sont déversés dans une fosse où ils refroidissent lentement à l'air. Ils contiennent une quantité non négligeable de fer dont une grande partie peut être récupérée soit sous forme de « scraps » de grandes dimensions, par simple tri, soit par séparation magnétique au cours du concassage. Ces produits sont ensuite recyclés à l'aciérie. En vue de valoriser les laitiers sous forme de granulats, on leur fait subir en général des opérations de concassages-criblages complémentaires pour obtenir les granularités commerciales habituelles.

Les analyses géotechniques, mécaniques et chimiques montrent que ces laitiers sont d'excellents matériaux, aussi bien techniquement, économiquement, que du point de vue environnemental pour le génie civil et la construction routière [MOTZ *et al.*, 2000]. Mais, en réalité, ces laitiers trouvent actuellement peu de débouchés et ils sont le plus souvent mis en dépôt. En absence de solutions de valorisation, d'immenses surfaces sont aujourd'hui occupées par ces laitiers, générant ainsi des coûts de stockage et créant parfois des contraintes d'aménagement.

Le problème majeur de ce matériau provient du fait qu'il contient une certaine quantité de chaux libre, voire aussi de magnésie libre, sous forme d'inclusions de quelques microns à quelques centimètres. Avec le temps, ces deux composants vont entrer en contact avec l'eau

(percolation, humidité ambiante, etc.) ou avec le gaz carbonique de l'air pour s'hydrater et/ou se carbonater. Cette réaction entraîne une expansion volumique du minéral et un délitement du granulat de laitier (sous l'action de la poussée des forces d'expansion) [AURIOL, 2004], puis causent des dommages dans les ouvrages eux-mêmes.

Dans ces conditions, l'emploi actuel de ces laitiers se limite à des domaines qui n'exigent pas une stabilité dimensionnelle particulière. On les utilise alors comme matériau de viabilité dans les techniques de remblaiement [SIMON, 1994], en protection et renforcement de berges [JOOST, 2002], en traitement de sols [BOMBAY, 2004], en amendement agricole [REX, 2002] et en cimenterie comme addition au cru [MONSHI *et al.*, 1999].

Les usages en tant que granulats pour les structures de chaussées, en couches d'assises ou de roulement, nécessitent de contrôler fortement le potentiel expansif de ce matériau. Pour maîtriser cette pathologie, une des techniques consiste à « vieillir » artificiellement les LAC par hydratation accélérée (arrosage ou traitement à la vapeur d'eau) [DA SILVEIRA *et al.*, 2005]. D'autres proposent de neutraliser une partie de la chaux et de la magnésie en injectant du sable (SiO_2) dans le convertisseur [KUEHN *et al.*, 2000] ou de traiter le produit par des sels acides [PRIN-FERREIRA, 2000]. L'objectif de ces méthodes est de diminuer la teneur en chaux libre dans le LAC jusqu'à un seuil admissible qui ne provoque plus le gonflement excessif du granulat et de l'ouvrage. Ces méthodes présentent des inconvénients : temps de vieillissement long, résultats incertains, importantes zones de stockage et de traitement, coût prohibitif des procédés, etc.

Une autre voie envisagée est de valoriser directement ces laitiers dans la construction des corps de chaussées, quelle que soit la teneur en chaux libre. La méthode consiste alors à mélanger les granulats de LAC expansifs avec des granulats inertes, en optimisant la répartition granulométrique de façon à absorber l'expansion des grains de laitier dans les vides intergranulaires [RAYSSAC *et al.*, 2008]. Dans les travaux cités, le gonflement à la vapeur de ces mélanges a été simulé avec le logiciel René-LCPC [SEDRAN *et al.*, 1994], à partir notamment de la compacité des granulats mesurée avant et après expansion à la vapeur. Ces travaux montrent ainsi que ce logiciel peut aider à choisir les combinaisons les mieux adaptées à un usage donné, et connaissant leur expansion potentielle.

Notre étude s'intéresse plus particulièrement à cette voie de valorisation des LAC dans les mélanges granulaires. Elle a pour but tout d'abord d'apporter une meilleure connaissance du comportement des laitiers d'aciérie de conversion (LWS) et de leur évolution volumique au cours du temps, en milieu humide. Un modèle de la dégradation des grains est ainsi proposé. Parallèlement, des essais de gonflement à la vapeur dans le moule CBR, sur une série d'empilements de LAC purs ou de mélanges a permis de paramétrer la courbe d'expansion en fonction de la compacité et de la teneur en chaux libre. Ces deux modèles ont ensuite été reliés puis associés aux algorithmes de René-LCPC. Cet ensemble permet alors de prédire le gonflement dans le temps de toutes les combinaisons granulaires contenant les LAC de granularité ou d'âge quelconque, et placées dans un environnement déterminé.

Le mémoire de thèse comporte cinq chapitres.

Le premier est intitulé « Etude bibliographique sur l'origine, les variétés, et les utilisations actuelles des laitiers d'aciérie de conversion ». Il comporte une partie décrivant les procédés de fabrication de l'acier et de genèse des coproduits associés. Les propriétés générales et particulières des laitiers sont ensuite rappelées, ainsi que les principales méthodes de caractérisation associées. Les textes et les spécifications concernant leur utilisation dans les chaussées sont aussi repris. De même, un rappel est fait sur les utilisations actuelles et les techniques proposées pour réduire leur teneur en chaux libre. Cette première partie permet de justifier les besoins de recherches sur ces laitiers, en particulier sur la connaissance et la maîtrise de leur stabilité dimensionnelle.

Le chapitre 2, intitulé « Caractérisation des LAC LWS », présente les propriétés minéralogiques et physico-chimiques des LAC utilisés dans cette étude. Plusieurs échantillons de la même aciérie, provenant de coulées sélectionnées ou mélangées, de différentes granularités, ont été étudiés. Les essais réalisés concernent d'une part la caractérisation physique de ces matériaux, en particulier la masse volumique de la matière et la masse volumique des grains, en fonction de la taille et de la structure alvéolaire des produits. Un grand nombre de mesure a été effectué selon la technique de la paraffine, de façon à avoir une connaissance statistique fiable de ces propriétés. Des mesures ont été également effectuées dans le temps sur des poudres conservées dans différents milieux. Enfin, la compacité de différentes fractions granulaires a été mesurée selon un protocole particulier. D'autre part, la composition chimique et minéralogique de ces matériaux a été déterminée par fluorescence X

et DRX et des analyses à la Microsonde de Castaing ont complété ces analyses. Des mesures de teneur en chaux libre, selon la méthode Leduc et les moyens de la chimie minérale ont été réalisées sur les différents produits et les différentes fractions. Ces essais ont montré que la caractérisation de ces matériaux n'était pas simple, en raison notamment de leur évolutivité au contact de l'eau et de l'air, plus particulièrement lorsque les grains sont finement broyés.

Le chapitre 3 est intitulé « Etude et modélisation de la dégradation des LAC en milieu aqueux ». Il présente les essais réalisés pour quantifier la dégradation de ces matériaux dans le temps. Tout d'abord, des essais à l'autoclave (127°C, 0,15 MPa) ont permis de vérifier que la dégradation des LAC pouvait être grandement accélérée par la température. Plusieurs échantillons de différentes tailles, faciès et teneur en chaux libre, ont alors été placés dans des seaux contenant de l'eau à différentes températures (40, 60, 80 et 100°C). Les mesures ont consisté à enregistrer pendant un mois la quantité de grains qui se dégradaient. Les résultats montrent que les grains de toutes tailles et de tous faciès se délitent progressivement, à une vitesse qui dépend principalement de la teneur en chaux libre. Le traitement de ces données, complété par des mesures sur granulats de chaux vive permet, alors de proposer un modèle capable de quantifier la dégradation des laitiers LWS en fonction du temps et de la teneur en CaO libre, à une température (ou un environnement) quelconque.

Le chapitre 4, intitulé « Modélisation de la courbe d'expansion à la vapeur des LAC », est consacré à l'étude de la courbe d'expansion obtenue sur une série d'empilements de LAC purs compactés dans le moule CBR et soumis à un flux de vapeur durant deux à trois semaines. Ces empilements ont des granularités, des compacités et des teneurs en chaux libre différentes. Les courbes expérimentales obtenues ont été décrites par une relation hyperbolique, préférée au modèle exponentiel jusqu'ici proposé [MOTZ *et al.*, 1998]. Les paramètres du modèle hyperbolique ont été rapprochés des propriétés des LAC et des empilements. La cinétique et l'amplitude de l'expansion est directement contrôlée par la compacité réelle du mélange et par une « teneur en chaux équivalente », fonction de la teneur en chaux libre mesurée au cœur de gros grains, de la taille et de l'âge des produits au moment de leur utilisation. Ce modèle permet alors de prédire avec une bonne précision l'expansion dans un moule CBR d'un empilement quelconque de LAC purs soumis à un flux de vapeur à 100°C.

Le chapitre 5, intitulé « Modélisation de l'expansion d'un mélange quelconque de LAC et de granulats inertes », associe tout d'abord les deux modèles précédents. En effet, l'expansion volumique d'un empilement de LAC purs soumis à un flux de vapeur à 100°C a pu être reliée au taux de dégradation des grains à la même température, en fonction de la compacité de l'empilement et de la teneur en chaux libre équivalente du produit. Connaissant le taux de dégradation à une température ou à un âge différent, il devient alors possible de connaître l'expansion à cette température ou à cet âge, pour ce type de produit. Parallèlement, l'expansion de l'empilement d'un LAC pur a pu être reproduite avec les algorithmes de RENE-LCPC, en considérant notamment la compacité réelle et virtuelle monodisperse de ces produits [DE LARRARD, 2000]. Par essence, cet outil peut servir alors à prédire l'expansion d'un mélange quelconque de LAC et de granulats inertes, de type Grave Non Traitée (ou GNT) par exemple. Les essais de gonflement à la vapeur réalisés sur ce type de mélange apportent une première validation de cette approche. Ces outils permettent ainsi d'avoir une estimation pertinente de l'expansion dans le temps d'un mélange granulaire contenant des LAC et placé dans un environnement donné. Ils peuvent donc servir à trouver les combinaisons les plus appropriées à la valorisation de ces coproduits industriels dans les techniques routières.

La conclusion dresse un bilan récapitulatif des résultats obtenus durant ces travaux et propose des perspectives de recherches, pour confirmer et assoir notamment les théories et les procédés proposés.

Chapitre 1 : Etude bibliographique sur l'origine, les variétés, et les utilisations actuelles des laitiers d'aciérie de conversion

Les laitiers de convertisseurs à oxygène ou laitiers d'aciérie de conversion (LAC) – (BOF Slag (BS) en anglais) sont des co-produits de l'industrie sidérurgique. Selon la Directive Cadre 2008/98/CE relative aux Déchets, ces laitiers entrent potentiellement dans le champs des matières appelées à perdre le statut de déchet [CTPL, 2009]. Cependant ces matériaux sont encore peu valorisés en raison principalement de leur composition chimique et plus particulièrement de la teneur importante en chaux vive qu'ils contiennent.

La première partie de ce chapitre s'intéresse au procédé de fabrication et aux différentes variétés de ces laitiers. Leurs caractéristiques physico-chimiques, minéralogiques et environnementales sont détaillées ensuite. Enfin, la dernière partie traite des utilisations et traitements actuels de ces matériaux.

1.1 Origine et variétés des laitiers de convertisseur à oxygène (LAC)

1.1.1 Procédé de fabrication

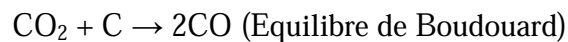
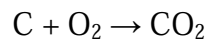
La fabrication de l'acier se fait en deux étapes : la première s'effectue dans un haut-fourneau dans lequel le minerai de fer est réduit par du coke. A l'issue de ce procédé, la fonte obtenue est décarburée par soufflage de l'oxygène donnant l'acier liquide (Fig. 1. 1)

Réactions mises en jeu au cours du procédé de fabrication

- Dans le haut-fourneau

Après avoir été concassé, criblé, puis aggloméré ou bouleté, le minerai de fer est chargé en haut du haut-fourneau en couches alternées avec du coke. L'air chaud insufflé à la base du haut-fourneau provoque la combustion du coke. L'oxyde de carbone ainsi formé va réduire les oxydes de fer. Les principales réactions mises en jeu au cours de ce procédé sont décrites dans les équations suivantes :

Combustion du carbone



Réduction des oxydes du minerai

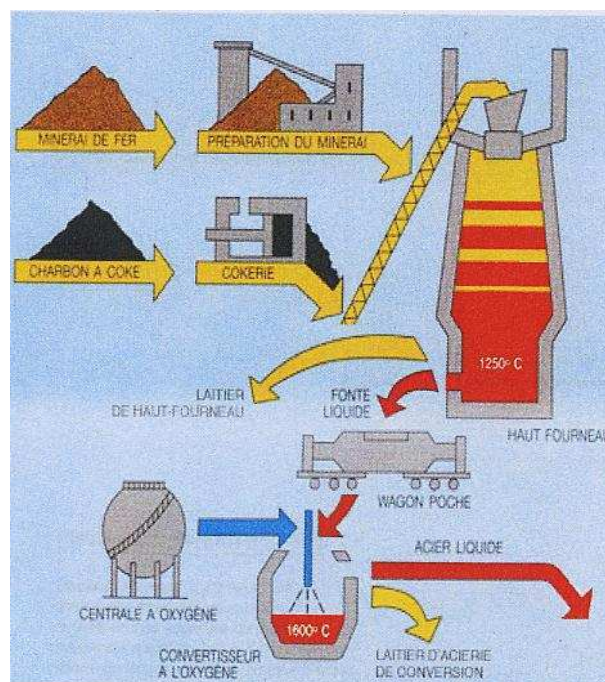
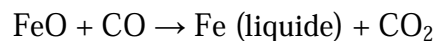
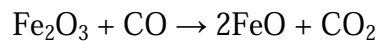


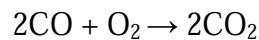
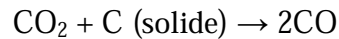
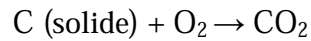
Fig. 1. 1 : Processus de fabrication de l'acier
[THIAM., 2006]

La chaleur dégagée par la combustion fait fondre le fer et la gangue en une masse liquide où la gangue, de densité moindre, flotte sur un mélange à base de fer, appelé "fonte" (le fer s'alliant au carbone). A intervalles réguliers, ce laitier et la fonte sont séparés par gravimétrie. Ce laitier trouve un débouché dans le secteur des travaux publics, comme granulats et, dans l'industrie cimentière, comme addition minérale dans le ciment.

Dans le convertisseur à oxygène :

La fonte, après traitement des sulfures et de la silice dans le haut-fourneau, est versée dans un wagon poche puis dirigée vers le convertisseur chargé de ferrailles (étapes 1 et 2 de la Fig. 1. 2).

Le processus de réduction du taux de carbone dans la fonte se fait par oxydation du carbone en CO puis en CO₂ (décarburation) :

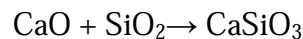
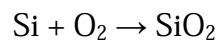


Ce processus s'accompagne d'une augmentation de la température dans le convertisseur qui passe d'environ 1200°C à 1600°C, ce qui fait fondre les ferrailles apportées et transforme la fonte en acier liquide, en réduisant la teneur en carbone de 4% à 0,05% à la fin du soufflage de l'oxygène.

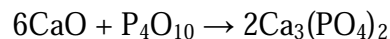
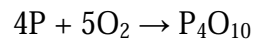
Au cours du procédé, de la chaux est introduite dans le convertisseur afin d'éliminer les éléments chimiques indésirables tels le phosphore, le silicium et les sulfures. Sa basicité protège les briques réfractaires du convertisseur.

Réactions d'affinage:

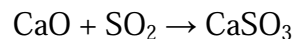
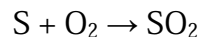
Concernant la silice



Concernant le phosphore (déphosphoration)



Concernant le soufre (désulfuration)



Les oxydes obtenus lors de la conversion conduisent, avec l'introduction de la chaux, à la formation d'un laitier CaO-SiO₂-FeO de densité plus faible que l'acier liquide. L'acier liquide et le laitier d'aciérie (*de convertisseur à oxygène*) sont alors séparés par gravimétrie (étape 4 et 5 de la Fig. 1. 2)

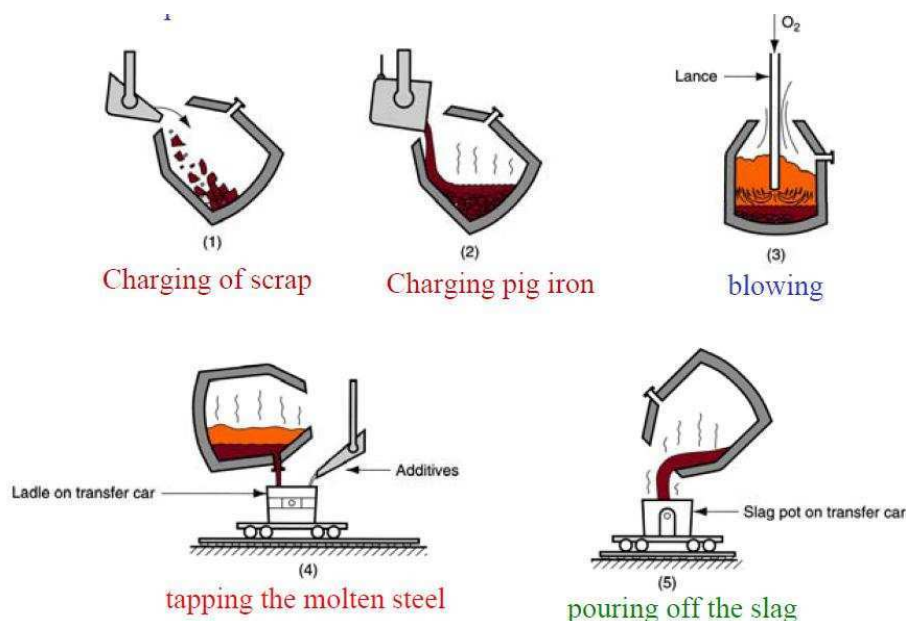


Fig. 1. 2 : Processus illustrant la fabrication du laitier de convertisseur à oxygène [MEDRAJ]

La composition de l'acier liquide sera ensuite ajustée en fonction de la qualité d'acier désiré. A la fin du processus, l'acier est coulé en continu sous forme de brames, blooms, billettes ou de lingots. Ces produits sont ensuite transformés en produits finis tels que des poutrelles, des palplanches, des rails par exemple.

Le laitier est coulé en masse dans des fosses, généralement à l'air libre (Fig. 1. 3). Il peut être également refroidi dans des bassins d'eau ou par aspersion.

Ces laitiers trouvent actuellement peu de débouchés et sont donc mis en dépôt (Fig. 1. 4).



Fig. 1. 3: Coulée du laitier d'aciérie de conversion dans une fosse



Fig. 1. 4: Stock de LAC à Florange (57)

1.1.2 Variétés des laitiers d'aciérie (laitiers de convertisseur à oxygène)

La fonte produite dans le haut-fourneau est riche en carbone et contient également de nombreuses impuretés telles que le phosphore, le silicium, le manganèse et le soufre, etc. Elle doit ensuite être convertie en acier ayant une teneur en carbone et en impuretés contrôlée, dans un convertisseur à oxygène.

Historiquement, le procédé de conversion de la fonte en acier a été inventé par Bessemer (1856) puis mis au point par Thomas (1878). Ces procédés utilisaient l'oxygène présent dans l'air pour oxyder le carbone et les impuretés présentes dans la fonte [TRENTINI, 1991]. Cependant, ces procédés ne dégageaient pas suffisamment de chaleur pour assurer toujours la transformation des ferrailles en acier liquide (100 à 130 kg de ferrailles par tonne d'acier liquide) et ne permettaient pas de produire des aciers de suffisamment bonne qualité [CESSELIN, 1976]. En particulier, l'acier obtenu possédait une forte teneur en nitrure, composé responsable de la fragilité de l'acier [BLAZY, 1998].

Dans les années 1950, l'affinage se fait par utilisation d'oxygène pur, ce qui permet de produire des aciers en grande quantité et de bonne qualité. Trois méthodes apparaissent (Fig. 1. 5), qui diffèrent selon le procédé d'insufflation : soit par le haut du convertisseur - procédé LD (Linz-Donawitz) -, soit par le bas du convertisseur, - procédé LWS (Loire-Wendel-Sprunck) - ou soit par la combinaison de ces deux modes.

Ces laitiers sont peu différents au niveau des caractéristiques chimiques et physiques puisqu'ils sont affinés par le même principe où l'oxygène pur est utilisé pour réduire la teneur en carbone (de 3-4% à 0,05-1,5 % [BLAZY, 1998]) et les teneurs en impuretés présentes dans la fonte (Si, P, Mg, S).

Les noms donnés à chaque type laitier d'aciérie (LD, LWS ...) distinguent les procédés de leur fabrication.

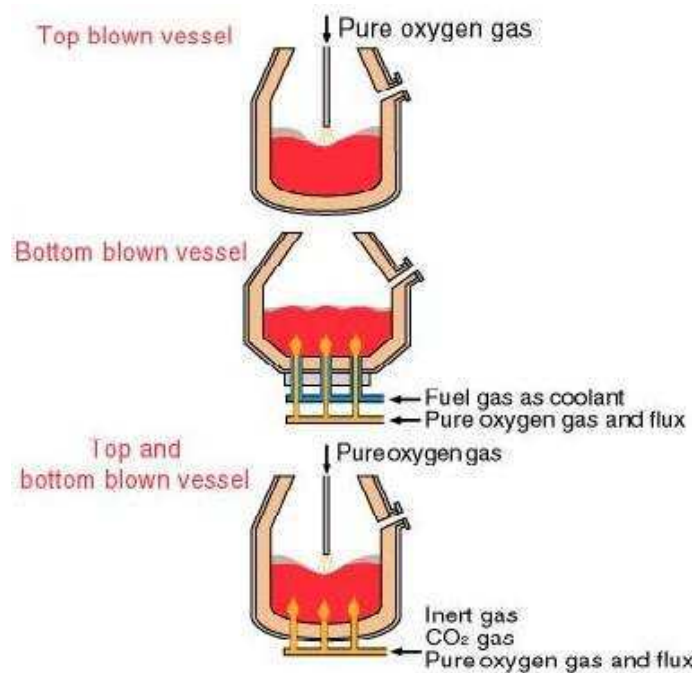


Fig. 1. 5 : Différentes méthodes d'insufflation d'oxygène dans le convertisseur à oxygène [KAWASKI, 2001]

1.1.2.1 Procédé d'affinage à oxygène par le haut du convertisseur (laitier LD)

Dans le procédé LD, l'oxygène pur est introduit au moyen d'une lance verticale au-dessus du bain de fonte liquide contenue dans un convertisseur (Fig. 1. 6). Durant l'affinage, plusieurs phases coexistent et réagissent à leurs interfaces : le métal liquide, les ferrailles, le laitier, les fondants, le revêtement réfractaire, l'oxygène et les oxydes de carbone. Le laitier est le plus souvent hétérogène, comprenant une phase liquide et des composés solides : chaux non encore dissoute, silicate dicalcique, silico-phosphate de chaux dans le cas des fontes phosphoreuses, etc.

Plusieurs types d'actions se produisent autour du jet d'oxygène suivant l'impulsion du jet et la hauteur de la lance [RIBOUD, 1986] :

- Création d'une dépression dans la surface du bain métallique
- Agitation mécanique, seulement en surface et au voisinage du jet. Elle n'assure pas une circulation suffisante du métal pour bien homogénéiser le bain et amener, dans les zones de réaction, du métal non encore affiné. Il en résulte qu'en fin d'opération, dans les procédés sans brassage, le métal est dans l'ensemble assez loin de l'équilibre avec le laitier.

Les études ont montré que tout l'oxygène gazeux arrivant au voisinage immédiat du bain métallique réagit instantanément, provoquant une élévation de la température qui atteint

2 000 à 2 300 °C dans la zone d'impact. On considère que dans ces conditions, tous les éléments oxydables, Fe, Si, C, Mn, Cr, etc., présents dans les couches voisines de la surface, sont oxydés en totalité, formant un laitier primaire très riche en fer qui constitue le véhicule de l'oxygène pour les diverses réactions d'affinage (Fig. 1. 7).

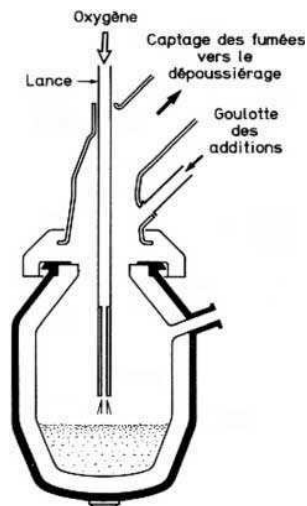


Fig. 1. 6: Schéma du convertisseur à oxygène du procédé LD [TRENTINI, 1991]

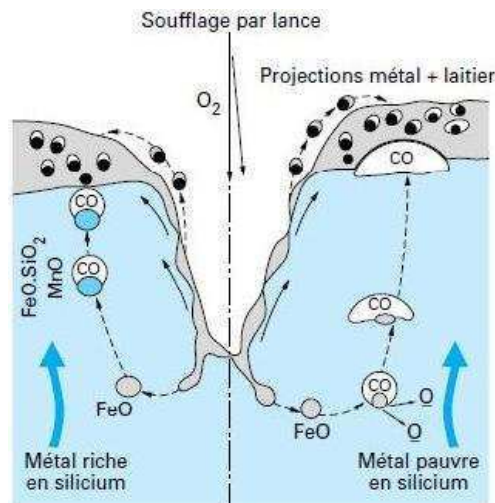


Fig. 1. 7: Schéma des trajectoires des oxydes formés dans la zone d'impact lors du soufflage par le haut [RIBOUD, 1986]

1.1.2.2 Procédé d'affinage à l'oxygène par le fond du convertisseur (Laitier LWS)

L'action mécanique du jet d'oxygène insufflé par la lance dans le procédé LD a un effet seulement en surface, au voisinage du jet, qui crée un courant se dirigeant vers les parois. L'homogénéisation du bain métallique n'est donc pas assurée avec le seul soufflage par le haut, ce qui explique les écarts à l'équilibre métal-laitier constatés en LD.

Dans le but d'éviter cet inconvénient, le procédé LWS utilise des tuyères réparties dans le fond du convertisseur pour insuffler de l'oxygène pur. Ces tuyères sont composées de deux tubes concentriques avec injection d'un fluide protecteur dans l'espace annulaire compris entre le tube externe et le tube interne par lequel arrive l'oxygène (Fig. 1. 8) [LEROY *et al*, 1970], [LEROY, 1977].

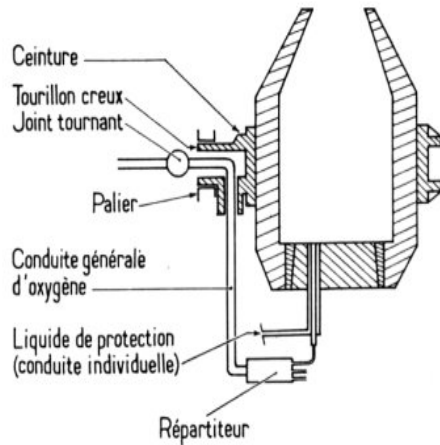


Fig. 1. 8: Schéma du convertisseur à oxygène du procédé LWS
[BISANTI, 2003]

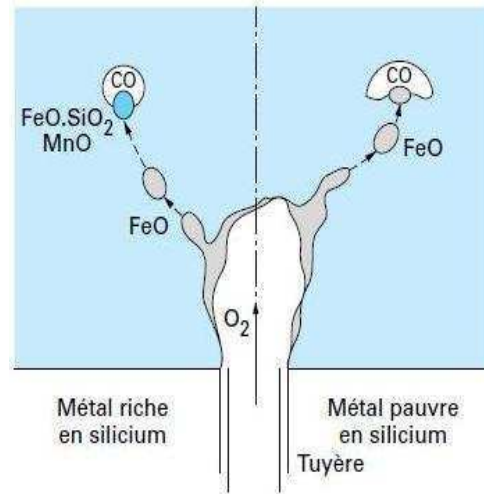


Fig. 1. 9: Schéma des trajectoires des oxydes formés dans la zone d'impact lors du soufflage par le bas [RIBOUD, 1986]

Dans ce procédé, l'oxygène à la sortie des tuyères pénètre dans le bain métallique et est absorbé instantanément en réagissant avec le fer fondu et les impuretés telles que Si, P, S... Une myriade de bulles d'oxydes de fer se forme et monte vers la surface du bain. Dans leur trajet, ces bulles d'oxydes de fer seront réduites par des oxydes issus des processus de déphosphoration, de désulfuration, d'oxydation de la silice et du manganèse pour former des gouttelettes de métal, elles-mêmes accrochées à une bulle de monoxyde de carbone (CO) en croissance [BISANTI, 2003] et des gouttelettes du laitier primaire (Fig. 1. 9).

Ces réactions d'affinage sont considérablement multipliées à l'interface métal-laitier, ce qui explique la vitesse de conversion [MAYER, 1999].

En résumé si l'on cherche à comparer les deux types d'affinage à l'oxygène (LD ou LWS), on peut dire que [BERTHET, 1980] :

- le soufflage par le haut (LD et ses variantes) présente l'avantage d'une bonne tenue des réfractaires et d'une certaine souplesse dans la proportion de ferrailles refondues grâce à la possibilité de jouer sur le taux de transformation du CO en CO₂ ; par contre, les conditions d'équilibre métal-laitier ne sont pas bien remplies, car le brassage provient essentiellement de la décarburation ;
- le soufflage par le bas (LWS) présente l'avantage de ne former le laitier qu'en fin d'opération, et d'assurer un état proche de l'équilibre laitier-métal grâce au brassage par les gaz traversant le bain ; par contre, le taux de transformation du CO en CO₂ reste faible, d'où une moindre quantité de ferrailles refondues. De plus, l'existence de tuyères dans le fond du convertisseur pose des problèmes de tenue des réfractaires.

1.1.2.3 Procédé d'affinage à oxygène mixte

Dans le but de bénéficier de tous les avantages des deux procédés mentionnés précédemment, l'idée de créer un procédé mixte est née vers 1980 [TATE et al., 1980]. Ce procédé consiste à équiper le fond des convertisseurs LD de dispositifs d'injection de gaz inerte assurant un brassage plus ou moins puissant (Fig. 1. 10). Le bain métallique (fonte) est soumis en même temps à la décarburation provoquée par le soufflage d'oxygène en haut et en bas du convertisseur et au brassage réalisé par le soufflage du gaz inerte (propane, butane ...) ou liquide (fioul ou dioxyde de carbone) au fond du convertisseur.

L'affinage est donc amélioré. Il s'exprime par :

- des teneurs finales en soufre, phosphore et oxygène plus faibles ;
- une teneur en manganèse plus forte ;
- un meilleur rendement en fer ;
- des projections et débordements diminués
- un meilleur équilibre laitier-métal

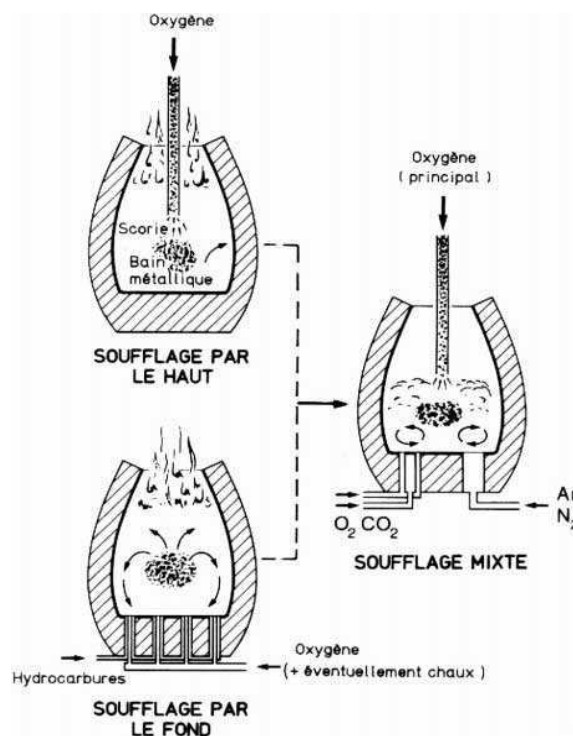


Fig. 1. 10 : Procédé d'affinage à oxygène mixte [TRENTINI, 1991]

1.2 Caractéristiques physico-chimiques des laitiers, textes de référence

1.2.1 Caractéristiques minéralogiques, physico-chimiques, mécaniques et environnementales.

1.2.1.1 Caractéristiques chimiques

Les résultats des analyses des laitiers diffèrent sensiblement d'une usine à l'autre, en raison de la variété des fontes traitées et des techniques d'affinage. Le Tab. 1.1 donne une moyenne des valeurs habituellement obtenues pour les laitiers de convertisseur à oxygène [ALEXANDRE, 1993].

Les analyses chimiques montrent que les principaux constituants des laitiers sont des oxydes de fer, de calcium, de silicium et dans une moindre mesure des oxydes d'aluminium, de magnésium et de manganèse. Le diagramme ternaire $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ (Fig. 1. 11) permet de schématiser les positions relatives des domaines de composition pour ces matériaux [BOUDONNET, 1994].

Constituants	Teneur (% massique)
Fe tot. (Fer total)	20-25
SiO_2 (oxyde de silicium)	10-15
CaO (oxyde de calcium ou chaux)	40-45
MnO (oxyde de manganèse)	5-7
MgO (oxyde de magnésium)	2-8
P_2O_5 (pentoxyde de phosphore)	2-3
Al_2O_3 (oxyde d'aluminium)	1-2
Cr_2O_3 (oxyde de chrome)	0,1-0,3
S (soufre)	0,05
CaO libre (chaux libre)	2-10

Tab. 1.1 : Composition des laitiers de convertisseur à oxygène LD

- 1- Verres
- 2- Basaltes
- 3- Pouzzolanes
- 4- Laitier H F
- 5- Clinker Portland
- 6- Laitier LD
- 7- Chaux
- 8- Cendres silico-alumineuses
- 9- Cendres sulfo-calciques
- 10- Ciments alumineux

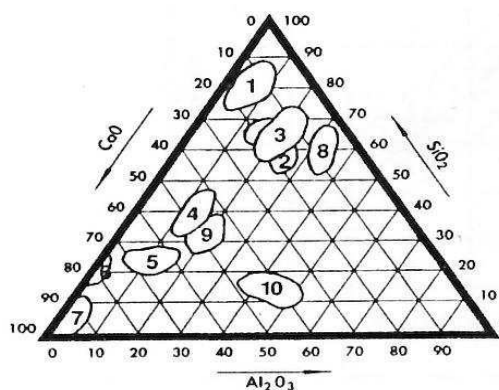


Fig. 1. 11 : Diagramme ternaire $\text{CaO} - \text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$

1.2.1.2 *Caractéristiques minéralogiques*

La structure et la composition minéralogique du laitier sont assez hétérogènes selon le procédé utilisé et sa conduite. Mais en raison des conditions de pressions et de températures mises en jeu et de la nature toujours identique des composés majeurs utilisés, la variabilité des phases minérales obtenues est limitée à quelques espèces [BOUDONNET, 1994], [THOMAS, 2001], qui sont :

- la bélite (C_2S) ou silicate bicalcique (Ca_2SiO_4) contenant en solution solide du phosphate tricalcique C_3P qui se substitue au silicium ;
- l'alite (C_3S) qui est un silicate tricalcique (Ca_3SiO_5) ;
- les ferrites de calcium, principalement C_2F , très stables et contenant en solution solide l'alumine ($Ca_2Fe_2O_5$) ;
- les solutions solides à base d'oxydes et de manganèse de type (FeO , MnO , CaO , MgO).
- la chaux libre CaO , donnant par hydratation de l'hydroxyde de calcium ou portlandite $Ca(OH)_2$ et, par carbonatation, du carbonate de calcium ($CaCO_3$) ;
- l'oxyde de magnésium sous forme de périclase (MgO), donnant sur les laitiers vieillis de la brucite ($Mg(OH)_2$) susceptible de se carbonater en magnésite ($MgCO_3$).

Les teneurs de ces différentes phases minérales varient selon les proportions suivantes [SPANAGEL, 1996], [PRIN-FERREIRA, 2000] :

- environ 44-46 % de silicate bicalcique de type larnite βCa_2SiO_4 , contenant 2 à 7% de P_2O_5 en masse
- environ 27-28 % d'un ferrite de calcium $Ca_2Fe_2O_5$ plus ou moins substitué en Al et Ti
- environ 20-23% d'une wüstite substituée au magnésium et au manganèse
- environ 3-6% de calcium libre
- environ 1-3% de magnétite substituée.

1.2.1.3 *Caractéristiques physiques*

Les principales caractéristiques physiques issues des travaux de Panis [PANIS, 1984] et Alexandre [ALEXANDRE, 1993] sont présentées dans le Tab. 1. 2.

Caractéristiques	Laitier LWS [PANIS, 1984]	Laitier LD [ALEXANDRE, 1993]
Résistance à l'usure (Micro-Deval, MDE)	6 - 12	6-12
Résistance à la fragmentation (Coefficient Los Angeles, LA)	10 - 20	10-20
Résistance à la compression simple	-	80 MPa
Masse volumique réelle	3,3 à 3,6 t/m ³	-
Coefficient de polissage accéléré	0,45 - 0,55	0,45-0,55

Tab1. 2 : Propriétés mécaniques des laitiers d'aciérie de conversion

Selon le Tab1. 2, les caractéristiques physiques de ces matériaux sont particulièrement intéressantes dans le domaine de la construction des chaussées, notamment si l'on s'intéresse à la résistance à l'usure (MDE), la résistance à la fragmentation (LA) et aux coefficients de polissage accéléré (C.P.A) obtenus.

Selon les articles 7 et 8 de la norme Granulats XP P 18 545, les laitiers d'aciérie peuvent être classés en catégorie B, voire A au regard des niveaux de caractéristiques intrinsèques LA, MDE, CPA évalués, ce qui les prédestine à un usage en couches de liaison, voire en couches de roulement.

Par ailleurs, des travaux [MOTZ *et al.*, 2000] [YONGJIE, 2006] ont montré que les propriétés physiques des laitiers de convertisseur sont comparables ou voire meilleures que celles des granulats naturels (Tab. 1.3).

Caractéristiques	Laitier d'aciérie	Granite	Silex	Basalte	Calcaire
Masse volumique (g/cm ³)	3,29-3,3	2,5	2,6	2,9	2,75
Coeff d'aplatissement (%)	<10	<10	<10	<10	<15
Aptitude au broyage (wt, %)	12-15	17	21	12,9	15
Coeff de polissage (PSV, %)	57-58	48	45	49	44
Absorption d'eau (wt, %)	1,0-1,8	<0,5	<0,5	0,7	1,05
Résistance au gel (wt, %)	<0,5	<0,5	<1	--	--
Adhésion au liant (%)	>90	>90	>85	>85	>90

Tab. 1.3 : Propriétés mécaniques des laitiers d'aciérie de conversion en comparaison avec d'autres granulats naturels [MOTZ *et al.*, 2000]

Ces laitiers présentent une grande dureté qui leur confère une excellente résistance mécanique, tant à l'écrasement qu'à l'abrasion et au choc. Ils sont comparables aux roches naturelles. Leur surface rugueuse associée à leur bon indice de forme favorise l'accrochage des grains les uns vis-à-vis des autres, ce qui permet de former un squelette granulaire capable d'accueillir le mieux possible un liant liquide tel que le bitume. Cette propriété est aussi confirmée par une valeur supérieure de l'adhésion au liant (voir Tab. 1.3) ce qui confirme que

ces laitiers peuvent être largement utilisés comme granulats pour la construction de chaussées, en particulier pour la couche de roulement.

Par ailleurs, l'absorption d'eau du laitier est meilleure que celles des granulats naturels (Tab. 1.3). Ceci est dû à la présence d'une grande porosité au sein de ces matériaux. En effet, Yongjie X. et al. [YONGJIE *et al.*, 2006] ont montré, à l'aide d'observations par microscopie électronique à balayage (MEB) et de mesures de porosité au mercure, que ces laitiers sont plus poreux que d'autres granulats naturels (Fig. 1. 12) et que la distribution du diamètre des pores se situe dans la gamme du centième de micromètre à quelques micromètres (Tab. 1. 4).

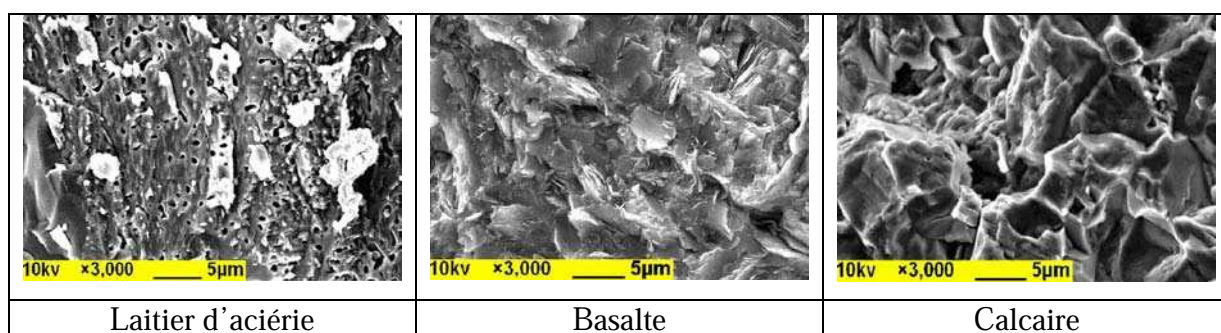


Fig. 1. 12 : Micrographies MEB du laitier de convertisseur et d'autres granulats naturels [YONGJIE *et al.*, 2006]

Type de granulat	Porosité totale (%)	Proportion de la taille des pores selon la taille (%)			
		> 0,001 µm	> 0,01 µm	> 0,1 µm	> 1 µm
LAC	5,76	100	99,9	48,0	20,5
Basalte	0,24	100	100	100	58,3
Calcaire	4,26	100	100	99,5	84,7

Tab. 1. 4 : Analyses de la porosité au mercure pour différents types de granulat [YONGJIE *et al.*, 2006]

La présence d'une grande quantité de pores au sein du laitier de convertisseur lui permet d'une part d'absorber de l'eau conduisant à bon drainage et, d'autre part, de créer une surface plus rugueuse pouvant laisser pénétrer du liant liquide (bitume par exemple) et permettant ainsi de former une bonne liaison entre le laitier et le liant, ce qui est nécessaire notamment pour la couche de roulement de chaussées, constituée de béton bitumineux, lorsqu'elle est soumise à la pluie ou/et des forces de polissage engendrées par des véhicules circulés.

Par ailleurs, dans le but d'utiliser les laitiers de convertisseur dans les enrobés bitumineux, les mêmes auteurs ont réalisé des essais de stabilité dynamique en fonction de la température et de la résistance à la fatigue. Les résultats, présentés Fig. 1. 13 et Fig. 1. 14, montrent un meilleur comportement pour le laitier de convertisseur que pour le calcaire et le basalte.

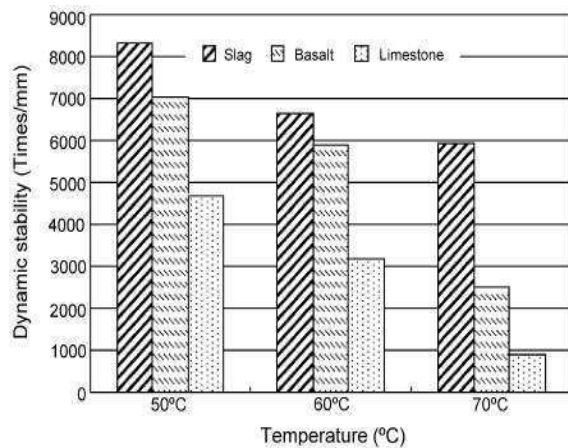


Fig. 1. 13: Stabilité dynamique [YONGJIE *et al*, 2006]

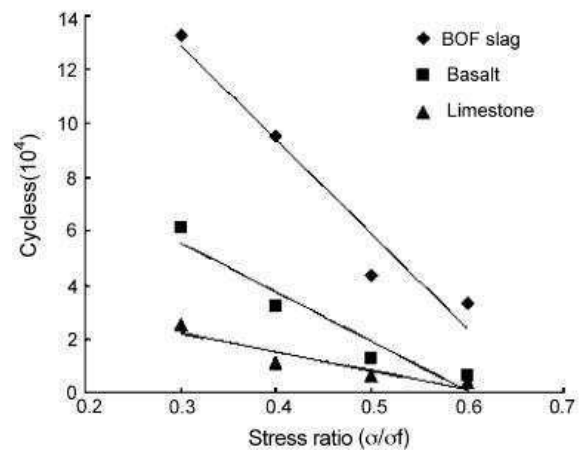


Fig. 1. 14: Résistance à la fatigue [YONGJIE *et al*, 2006]

1.2.1.4 Oxyde de calcium – chaux

Malgré des caractéristiques géotechniques intéressantes, ces laitiers sont encore peu utilisés en génie civil. Le principal inconvénient de ces matériaux se trouve dans leur instabilité dimensionnelle se traduisant soit par une évolution granulométrique du laitier par éclatement des grains et éventuellement par le gonflement du laitier en masse,

L'analyse chimique de ces laitiers permet de définir divers composés pouvant être la cause de leur instabilité. On s'intéresse particulièrement à l'oxyde de calcium (CaO : chaux libre). Cet oxyde plus ou moins « emprisonné » dans le laitier, va entrer avec le temps en contact avec l'eau (eau de percolation, humidité ambiante, etc.) ou avec le gaz carbonique de l'air pour s'hydrater et/ou se carbonater, entraînant ainsi l'expansion volumique du minéral et un délitement (sous l'action de la poussée des forces d'expansion) du granulat de laitier qui le contient (Fig. 1. 15), ce qui conduit aux dommages pour les ouvrages concernés (Fig. 1. 16).

Une importante quantité de chaux libre se retrouvant au sein des laitiers provient de l'apport « excédentaire » de chaux lors du processus d'affinage de la fonte en fusion par soufflage d'oxygène dans le convertisseur pour extraire les éléments indésirables. Cette quantité peut varier de 1% à 17% en masse [BOMBAY, 2004].

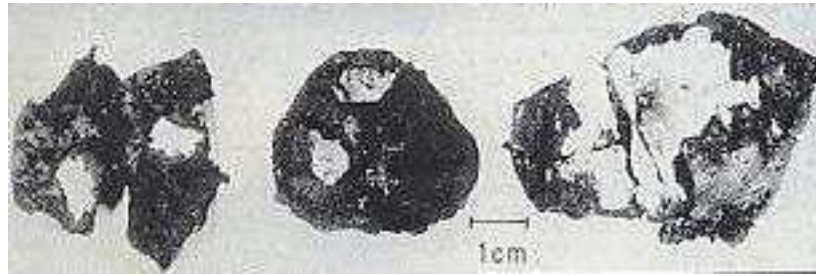


Fig. 1. 15 : Dégradations d'un grain LD [GEISELER, 1988]



Fig. 1. 16 : Dégradations des ouvrages [SILVEIRA *et al*, 2005]

A Différentes formes de la chaux libre et réactions possibles d'expansion

L'oxyde de calcium (chaux libre) contenu dans les laitiers se présente sous différentes formes de nodules de taille variée, inclus dans les grains (voir Fig. 1. 17 et Fig. 1. 18).



Fig. 1. 17 : Nodule de chaux dans un grain de laitier d'aciérie de conversion [BOMBAY, 2004]

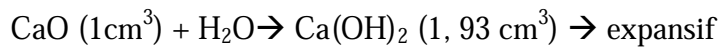


Fig. 1. 18 : Distribution de CaO sous forme d'amas disséminés (phase blanche) [HORNAIN, 1995]

La chaux est présente dans le laitier sous les formes suivantes [HORNAIN, 1995] :

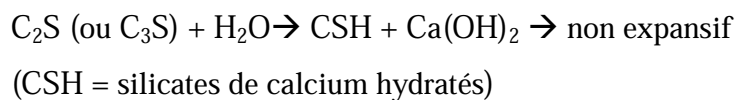
- oxyde de calcium combiné dans les silicates, alumino-ferrites et ferrites de calcium

- oxyde de calcium non combiné ou chaux vive. Ce composé, dispersé en inclusions de 1 à 10 μm dans le laitier, correspond à la forme expansive. L'expansion se produit lors de l'hydratation de ce composé suivant l'équation :



L'hydratation de la chaux vive s'accompagne d'un quasi doublement du volume, à l'origine de l'expansion [PHAM, 2000]. Ce phénomène s'explique par une modification de la structure cristalline, la masse molaire augmente (de 56 g pour CaO à 74g pour Ca(OH)₂), mais le volume augmente aussi, mais de façon moins conséquente : la masse volumique réelle augmente et passe de 3,2 - 3,4 g/cm³ pour CaO et de 2,2 - 2,4 g/cm³ pour Ca(OH)₂.

- hydroxyde de calcium libre résultant d'une part de l'hydratation du CaO libre (réaction expansive), d'autre part de l'hydrolyse du silicate bicalcique (C₂S) et du silicate tricalcique (C₃S) suivant l'équation simplifiée :



- carbonate de calcium CaCO₃ résultant de la carbonatation de Ca(OH)₂, voire directement de CaO. Le composé, très peu soluble, est pratiquement inerte. Par contre la carbonatation directe de chaux vive est aussi une réaction expansive :



B Dosage de la chaux

La chaux libre est responsable de l'instabilité volumique des laitiers de conversion. La quantification de cette chaux dans le laitier est, par conséquent, importante pour appréhender la stabilité du laitier. Il existe plusieurs méthodes pour déterminer la teneur en chaux libre mais les résultats obtenus sont toujours délicats en raison des différentes formes sous lesquelles la chaux peut se retrouver. Deux problèmes principaux se posent [HORNAIN, 1995] :

- la chaux vive (CaO vive), qui est la seule à prendre en compte dans les risques de gonflement, est dosée avec d'autres formes de chaux, telle que Ca(OH)₂ (chaux éteinte). La détermination de CaO vive n'est pas toujours évidente et nécessite alors la mise en œuvre de différentes méthodes complémentaires pour faire son bilan exact.

- l'existence de CaO vive sous forme de grains de 10-30 μm disséminés dans le matériau d'une part et de micro-inclusions emprisonnés dans les cristaux de C₃S et C₂S d'autre part. Ces derniers sont moins accessibles et plus difficilement mis en solution lors des

dosages chimiques (glycol par exemple). La détermination de la chaux vive est donc plus ou moins faussée.

B.1 Méthodes de dosage de la chaux

B.1 Extraction au glycol

Le produit, broyé à 80 μm , est mis en suspension sous agitation dans de l'éthylène glycol à 70°C. La chaux, sous ses deux formes ($\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$) est solubilisée et mesurée par conductimétrie et par acidimétrie à l'acide benzoïque. Cette méthode permet de doser la somme CaO vive + Ca(OH)_2 . Elle doit être complétée par une analyse thermogravimétrique pour accéder à la valeur de la chaux vive seule [HORNAIN, 1995].

B.2 Extraction à l'eau sucrée (méthode Leduc)

Cette méthode est identique à celle décrite précédemment, mis à part que le glycol est remplacé par du sucre. L'extraction à l'eau sucrée permet de doser la chaux par de l'acide chlorhydrique sous ses deux formes $\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$ et doit être complétée par une analyse thermogravimétrique pour accéder à la valeur de CaO seule [HORNAIN, 1995].

B.3 Détermination du calcium libre par complexométrie

La chaux libre d'un échantillon broyé est extraite au moyen d'éthanediol chaud. La teneur en ions calcium dans l'extrait est ensuite déterminée par titrage complexométrique, par de l'EDTA en présence de murexide. Ce dosage constitue la méthode de référence citée dans la norme NF EN 1744-1 et permet de déterminer la chaux sous ses deux formes : $\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$ [EN1, 1998]. La teneur en ions calcium dans le soluté peut également être déterminée par des mesures de conductimétrie.

B.4 Détermination du calcium libre par acidimétrie

Le principe de cette méthode consiste à extraire le calcium libre d'un échantillon broyé au moyen d'acétoacétate d'éthyle à ébullition (méthode de Franke). L'extrait est ensuite titré à l'aide d'une solution étalon d'acide chlorhydrique 0,2 mol/l, en présence de bleu de thymol comme indicateur coloré. Cette méthode est une méthode alternative dans la norme NF EN 1744-1 et permet de doser la chaux sous ses deux formes : $\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$.

B.5 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique est une méthode d'analyse qui permet de suivre l'évolution de la masse du matériau en fonction d'une montée en température fixée. La perte de masse correspond au départ de l'eau libre non combinée, de l'eau combinée sous forme Ca(OH)_2 ou de silicates de calcium hydratés (C-S-H) et du CO_2 résultant de la carbonatation partielle de ces hydrates. La perte d'eau à 450°C , correspondant à la décomposition de Ca(OH)_2 , permet d'évaluer la quantité de ce composé qui peut alors être déduite de la somme $\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$ déterminée par une autre méthode (glycol, eau sucrée, complexométrie, conductimétrie, acidimétrie). La perte de masse à environ 750°C correspond à la décarbonatation de CaCO_3 ce qui permet de connaître les proportions de ce composé. La connaissance des concentrations respectives des trois composés CaO vive, Ca(OH)_2 et CaCO_3 permet de faire un bilan de la chaux libre totale initiale du laitier [HORNAIN, 1995].

B.6 Méthode de dosage par analyse d'images

Cette méthode relativement lourde à mettre en œuvre et nécessitant un personnel et un matériel spécialisés ne peut constituer un essai de routine. Elle offre néanmoins un intérêt certain pour la connaissance plus précise de la composition minéralogique des laitiers d'aciérie notamment en ce qui concerne la distribution des deux catégories de chaux vive présentes dans le matériau : chaux micrométrique de décomposition du C_3S en micro-inclusions d'une part ($\sim 1\ \mu\text{m}$) et chaux d'hétérogénéité de scorification en grains plus gros ($> 10\ \mu\text{m}$) d'autre part [HORNAIN, 1995].

B.7 Dosage par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X révèle les phases cristallisées d'un échantillon réduit sous forme de poudre. En effet, les composés cristallins ont la propriété de diffracter suivant des angles spécifiques (angles 2θ) et des intensités spécifiques. Le diagramme de diffraction d'un laitier comporte ainsi un certain nombre de pics de diffraction caractéristiques des phases cristallisées dans le produit : par comparaison avec une base de données de produits de référence, la nature des produits cristallisés présents peut être déterminée. Ainsi, pour la caractérisation du calcium libre, un matériau de base de concentration en chaux vive connue est utilisé.

Le dosage par diffraction de rayon X comporte l'intérêt d'accéder directement à la quantité de chaux vive présente dans le laitier. Mais sa limitation réside dans la difficulté de disposer d'une chaux étalon de structure cristalline identique à celle des laitiers LD où son réseau paraît plus désordonné [HORNAIN, 1995].

B.8 Détermination de la teneur en chaux libre par le calcul.

Une autre méthode a été aussi développée sans recourir à un dosage de la chaux libre dans le laitier. La méthode consiste à quantifier la teneur en chaux libre à partir de la teneur des constituants de base dans l'analyse chimique élémentaire des laitiers et des données d'enfournement (coulées issues de différents types d'élaboration de l'usine d'aciérie considérées : % C, bas soufre, bas carbone...)

La relation proposée est [BOUDONNET, 1994] :

$$(CaO)_{libre} = 4,55 \cdot \frac{(CaO)}{SiO_2} - 0,35 \cdot (Fe) - 3,96 \quad [1.1]$$

Les conditions d'exploitation varient d'une usine à l'autre ; la relation entre la teneur en CaO libre et les données de l'enfournement n'est donc pas toujours corrélée et fiable. La formule ci-dessus ne peut pas être étendue à un autre laitier de conversion dont le type d'élaboration est différent. C'est la limite de cette méthode.

C Conclusion

La chaux libre se trouvant au sein du laitier de conversion, sous l'effet de l'hydratation et/ou de la carbonatation, est le facteur responsable de la dégradation de ce matériau, par délitement des granulats puis des ouvrages. La quantification exacte de la teneur en CaO libre dans le laitier est donc indispensable mais pose plusieurs problèmes en raison de l'existence de différentes formes de CaO libre dont la taille se répartit de l'ordre du millimètre pouvant être accessible à l'eau, à celui du micromètre non accessible à l'eau.

Différentes méthodes de dosage ont été développées, mais chacune possède sa limite. La méthode de dosage chimique (glycol, Leduc) risque de surestimer la teneur en CaO libre en prenant en compte la teneur en $Ca(OH)_2$, espèce non expansive. La méthode chimique associée à la méthode thermogravimétrique pose le problème de sa représentativité effective en raison des possibilités de répartition variable de CaO libre dans les laitiers, surtout les inclusions de 1-10 μm ne pouvant être accessibles à l'eau. Les méthodes de dosage par diffraction des rayons X et d'analyse d'image sont lourdes à mettre en oeuvre et nécessitent un matériel et personnel spécialisés.

Le problème de la détermination rapide et fiable de la chaux vive n'est donc pas encore résolu. Pourtant, ces problèmes ne doivent pas occulter le fait que les problèmes d'instabilités ne sont pas toujours liés uniquement à la présence de la chaux vive.

1.2.1.5 L'oxyde de magnésium

En raison du processus d'obtention des laitiers de convertisseur à oxygène et de la nécessité d'injecter de la chaux magnésienne pour éviter l'usure des briques réfractaires, les laitiers de convertisseur à oxygène sont sujets à une instabilité dimensionnelle due au magnésium libre (MgO) [BOUDONNET, 1996]. En effet, l'instabilité volumique de ces matériaux peut aussi être provoquée par la présence de magnésie MgO libre. Après l'hydratation de l'oxyde de magnésium, l'augmentation de volume qui en résulte peut conduire aussi au gonflement des granulats puis/ou délitement des ouvrages.

Cette augmentation volumique est d'ailleurs plus importante pour l'oxyde de magnésium (environ 2,1 fois) que celle consécutive à l'hydratation de la chaux [PHAM, 2000]. Mais l'hydratation de l'oxyde de magnésium est beaucoup plus lente. Toutefois, les données concernant cette instabilité sont rares en raison de l'inexistence d'une méthode fiable permettant de mesurer la quantité de magnésium libre dans les laitiers [MOTZ *et al.*, 2000].

Ainsi, le problème de l'hydratation du magnésium libre passe souvent au second plan, derrière les problèmes d'hydratation de la chaux.

1.2.1.6 Mesure du gonflement à la vapeur – Steam Test

Plusieurs essais ont été développés en Europe pour évaluer le gonflement des laitiers de convertisseur à oxygène. L'essai allemand connu sous le nom de « Steam Test » est actuellement utilisé. Le principe de cet essai consiste à accélérer l'hydratation de la chaux et de la magnésie libre existant au sein des laitiers en présence de l'eau à l'état vapeur. Un échantillon compacté de laitier, composé à partir de fractions granulométriques définies selon une distribution de Fuller, est soumis, en continu, à un courant de vapeur à 100°C, à pression ambiante. Sous cet effet, les réactions entre la chaux et la magnésie libre avec la vapeur d'eau sont favorisées, se traduisant par l'augmentation de volume de l'empilement. La variation de volume de l'échantillon compacté suite à ces réactions est détectée par l'intermédiaire d'un comparateur placé au centre de la face supérieure de l'échantillon. Grâce aux mesures réalisées à intervalle de temps constant (programmées par ordinateur et centrale d'acquisition, le cas échéant), on obtient la courbe d'expansion en fonction du temps (Fig. 1. 19).

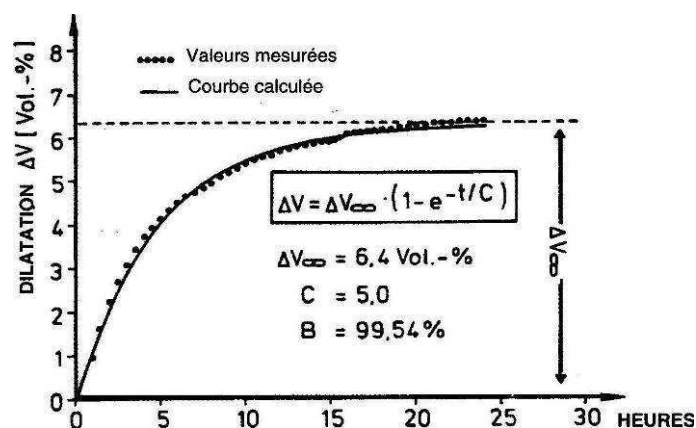


Fig. 1. 19 : Courbe d'expansion à la vapeur des laitiers de convertisseur en fonction du temps [BOUDONNET, 1996]

Parallèlement au test à la vapeur, un essai par immersion dans de l'eau chaude à 80°C pour l'évaluation du gonflement des laitiers a été développé en Belgique. Cet essai présente l'inconvénient d'hydrater en phase liquide la chaux libre lors de sa mise en solution. Des cristaux peuvent ainsi se former dans les pores et ainsi ne pas provoquer la dilatation. Le « Steam Test », avec la présence de la phase vapeur, permet d'accélérer la cristallisation et l'hydratation de la chaux libre sur le squelette granulaire du matériau ce qui provoque la dilation globale nettement plus sensible et plus rapide. Le « Steam Test » présente aussi l'avantage d'une bonne homogénéité de la prise d'essai, sans attrition ni ségrégation du matériau due au compactage par la table vibrante. Pour ces raisons, ce test est retenu dans la norme européenne NF EN 1744-1 [EN1, 98] dédiée à la caractérisation des propriétés chimiques des granulats [BOUDONNET, 1996].

1.2.1.7 Caractéristiques environnementales

L'analyse des éléments principaux et la composition minéralogique (Tab. 1.1) sont essentielles mais insuffisantes pour l'évaluation des impacts environnementaux car il est indispensable de connaître s'il y a relargage d'espèces chimiques potentiellement toxiques [BIALUCHA *et al.*, 1994]. Habituellement, les investigations sur le relargage des éléments issus du laitier de convertisseurs à oxygène sont réalisées selon le test de lixiviation normalisé Allemand DEV-S4 [DIN 38414] dont le schéma de l'appareil est présenté Fig. 1. 20 [MOTZ *et al.*, 2000].

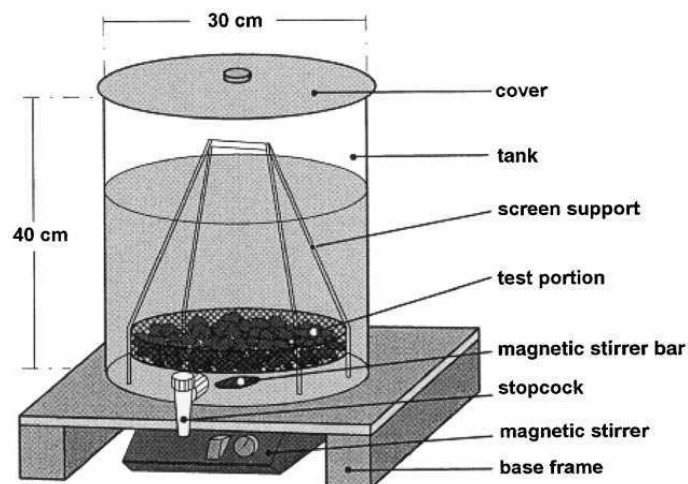


Fig. 1. 20 : Réservoir d'essai de lixiviation [MOTZ *et al.*, 2000]

Les essais de lixiviation réalisés par Geiseler [GEISELER *et al.*, 1996] ont montré qu'à l'exception de la valeur de pH relativement élevée, due à la dissolution de la chaux libre, et de la conductivité électrique élevée, la lixiviation des autres éléments est insignifiante. Cela s'applique également au chrome dont sa lixiviation peut se produire à plus ou moins grande concentration. Mais celle-ci est toujours faible car l'élément chrome est présent dans des phases cristallines stables. Toutes les autres concentrations des autres éléments lourds sont très faibles [MOTZ *et al.*, 2000].

Les travaux de Chaurand [CHAURAND *et al.*, 2006] montrent que le seul test de lixiviation (test DEV-S4 Allemand) n'est pas suffisant pour estimer exactement l'impact environnemental des éléments lourds, en particulier le chrome (Cr) et le vanadium (V). Par ailleurs, la potentielle toxicité et mobilité de ces éléments dépendent non seulement de leurs concentrations mais aussi de leurs formes chimiques ou spéciation (état d'oxydation, géométrie moléculaire...). Ces travaux montrent que dans le laitier LD, le chrome se présente sous le degré d'oxydation trivalent, qui est l'espèce la moins mobile et la moins toxique, et reste sous cette forme au cours de la lixiviation et du vieillissement naturel. A contrario, le vanadium se présente de façon prédominante sous la valence 4^+ et 5^+ , qui sont les plus mobiles et les plus toxiques lors du vieillissement naturel.

1.2.2 Textes spécifiques de référence

1.2.2.1 Réglementation.

On se réfèrera aux normes suivantes :

- Norme XP P 18 545 « Granulats : Définitions, Conformité, Spécifications »

Cette norme est une référence pour les différents domaines d'emploi des granulats dans les chaussées, bétons hydrauliques et ouvrages ferroviaires. Elle permet de classer les laitiers d'aciérie, ainsi que tous les autres granulats, par rapport à des catégories de caractéristiques intrinsèques (résistance au choc LA, résistance à l'attrition MDE, ..) et de caractéristiques de fabrication (granulométrie, propreté,...). Elle ne prend pas en compte d'autres critères, comme par exemple celui de la stabilité volumique.

Les laitiers sidérurgiques (cristallisés de haut fourneau, d'aciérie de conversion et d'aciérie électrique) seront couverts en tant que tels par les normes européennes «Granulats». Citons en particulier, les normes européennes EN 13043 (Granulats pour enrobés), EN 13242 (Granulats pour MTLH), EN 12620 (Granulats pour béton) ou encore EN 13383 (Granulats pour enrochements).

- NF P 11-300 « Classification des matériaux utilisables dans la construction des remblais et des couches de forme d'infrastructure routière », rubrique sols matériaux rocheux et granulats naturels.

Les co-produits industriels, ainsi que les sols organiques sont classés sous la rubrique F dans cette norme. Les laitiers de haut-fourneau se retrouvent dans une classe (F8) tandis que les laitiers d'aciéries de conversion ne s'inscrivent à présent dans aucune classe. En fait, il est possible de les classer en « F9 » suivant cette norme, c'est à dire « autres sous-produits industriels ». Il est nécessaire d'avoir des essais spécifiques pour pouvoir caractériser ces matériaux dans la classe F9.

1.2.2.2 Critères de la teneur en chaux libre, magnésie libre et de la stabilité dimensionnelle des ouvrages utilisant le laitier d'aciérie de conversion

Pour que les laitiers d'aciérie de conversion puissent être utilisés dans la construction d'ouvrage en génie civil, ils doivent répondre d'abord à une teneur limitée en chaux libre et magnésie libre et à une stabilité volumique.

A Teneur en chaux libre et magnésie libre

La teneur en chaux libre dans ce type de laitier est variable, pouvant être comprise entre 2% et 12% [HORNAIN, 1995]. Cette teneur a un impact inévitable sur l'instabilité constatée. La question se pose à quelle teneur la chaux libre peut provoquer l'expansion volumique au sein des laitiers.

En Belgique, une étude sur l'influence de la teneur en chaux libre sur la stabilité du laitier a été effectuée en mesurant le gonflement des laitiers LD à différentes teneurs en chaux libre. Cette étude fait apparaître que pour des teneurs en chaux libre inférieures à 4,5%, le gonflement volumique est inférieur à 2 %. Ainsi dans ce pays, une circulaire autorise l'emploi de ces matériaux dont la teneur maximale en chaux libre est de 4,5% [PIRET, 1988]

En Allemagne, les laitiers de fraîche production n'ayant pas été soumis aux intempéries peuvent être autorisés en construction routière, dans les couches non liées lorsque la teneur en chaux libre est inférieure à 7% et dans la couche bitumineuse lorsque la teneur en chaux libre est inférieure à 4% [BOUDONNET, 1996].

Aux Etats-Unis, un brevet a été déposé sur le procédé de traitement de sols (SCOR+) dans lequel il est défini une valeur « seuil » de teneur en chaux libre du laitier de 6% en masse, valeur au dessous de laquelle le laitier peut être valorisé sous forme de granulat sans crainte de gonflement et/ou d'éclatement [BOMPAY, 2004].

En France, aucun texte réglementaire n'affiche clairement le seuil de la teneur en chaux libre pour les laitiers d'aciérie de conversion.

Quant à la magnésie libre, jusqu'à ce jour, aucune méthode ne s'avère fiable pour déterminer sa teneur, ce qui entraîne la difficulté dans la fixation du seuil de la teneur en magnésie libre pour un usage routier. En fait, seule la teneur en magnésie totale est prise en compte dans la norme NF EN 1744-1 [EN1, 1998] définissant les valeurs maximales d'expansion concernant les granulats non traités à base de laitier d'aciérie.

Ainsi, en fonction de la teneur en magnésie totale, la durée de l'essai varie : si la teneur en magnésie est supérieure à 5%, l'essai doit durer 168 heures, à contrario il dure 24 heures. Cette augmentation du temps de l'essai est expliquée par le fait que l'hydratation de la magnésie se fait d'une manière très lente.

B Stabilité dimensionnelle des ouvrages

Sur la base des résultats de l'essai « Steam Test » de la norme NF EN 1744-1, une classification des granulats issus des laitiers d'aciérie, pour enrobés bitumineux ou pour mélanges non liés, est proposé au sein du TC 154/WG4 comme le montre la Fig. 1.21 suivante :

Type of steel slag	Maximum expansion (% by volume)		Testing time (h)	Category
	Aggregates for bituminous bound mixtures	Aggregates for unbound mixtures		
BOF-slag/EAF-slag ($MgO \leq 5.0\%$)	3.5	5	24	V _A
BOF-slag/EAF-slag ($MgO > 5.0\%$)	3.5	5	168	
BOF-slag/EAF-slag ($MgO \leq 5.0\%$)	6.5	7.5	24	V _B
BOF-slag/EAF-slag ($MgO > 5.0\%$)	6.5	7.5	168	
BOF-slag/EAF-slag ($MgO \leq 5.0\%$)	10	10	24	V _C
BOF-slag/EAF-slag ($MgO > 5.0\%$)	10	10	168	
BOF-slag/EAF-slag ($MgO \leq 5.0\%$)	No requirement			V _D

Fig. 1. 21 : Expansion maximale pour des laitiers d'aciérie selon l'essai « Steam Test »
[MOTZ *et al.* 2001]

Les valeurs limites de gonflement s'appuient principalement sur des observations issues de la mise en œuvre du laitier de convertisseur et de retours d'expérience, avec les règles présentées sur la Fig. 1. 21: un taux de gonflement maximal de 5 % pour les couches d'assise et de forme et de 3,5% pour la couche de roulement.

1.2.2.3 Critères environnementaux

Selon le décret 2002-540 relatif à la classification des déchets du Ministère du Développement Durable et de l'Environnement (MDDE), les laitiers d'aciérie sont classés sous les numéros : 10 02 01 « Déchets des laitiers de hauts fourneaux et d'aciérie » [MATE, 1998]

Ils sont classés comme déchets provenant de procédés thermiques ; par contre, ils ne sont pas classés comme déchets dangereux. Ils ne sont ni DIS (déchet industriel spécial), ni même DIB (déchet industriel banal).

Les laitiers d'aciérie sont classés dans la procédure H 14 [MATE, 1998] « Ecotoxique : substances et préparations qui présentent ou peuvent présenter des risques immédiats ou différés pour une ou plusieurs composantes de l'environnement. »

1.3 Utilisations actuelles des LAC et traitements

Les laitiers d'aciérie de conversion sont actuellement peu valorisés. En Europe, la production annuelle des laitiers d'aciérie est environ de 12 millions de tonnes [MOTZ *et al.*, 2001] (Fig 1. 22). En France, 1,4 millions de tonnes de laitiers de convertisseurs sont produites par an sur les trois sites de Dunkerque, Florange, et Fos-sur-Mer [PEREME, 2006].

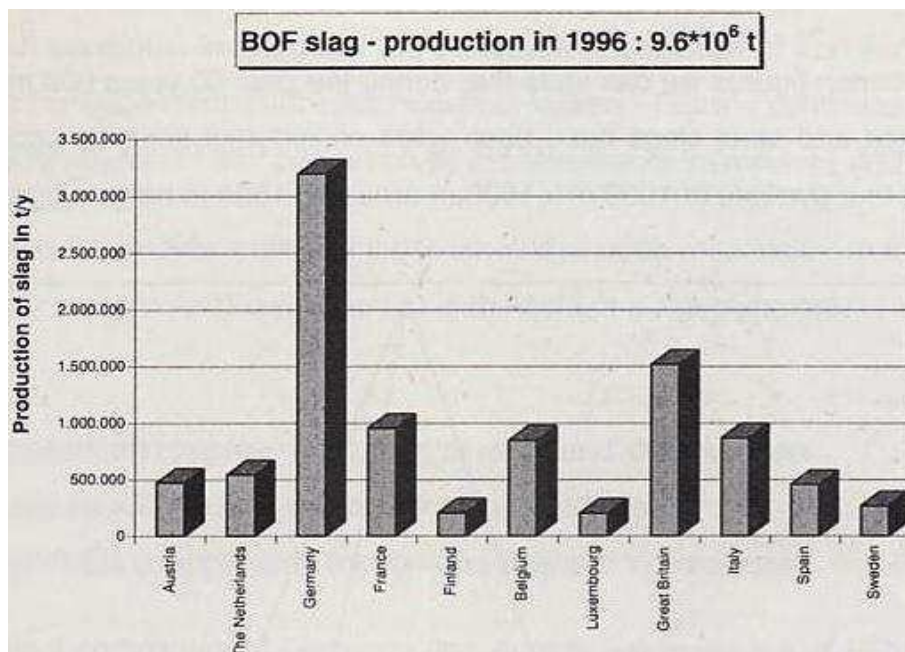


Fig 1. 22 : Production de laitiers d'aciérie dans les plus importants pays européens producteurs d'acier [MOTZ et al., 2001]

Par ailleurs, la déclaration de la Communauté Européenne [VERTRAG] sur la protection de l'environnement et l'amélioration de sa qualité, encourage à économiser les ressources naturelles en valorisant des co-produits industriels de sorte à augmenter leurs utilisations dans les domaines dans lesquels leurs propriétés techniques et environnementales sont appropriées.

Les principaux débouchés sont le recyclage dans la sidérurgie et les utilisations en agriculture, en technique routière, en traitement de sol et en cimenterie. Mais un effort de valorisation important reste à accomplir en raison du manque de stabilité volumique de ce matériau, provenant de sa teneur importante en chaux libre et magnésie libre [KUEHN *et al.*, 2000].

1.3.1 Applications actuelles

1.3.1.1 Mise en stock et recyclage en sidérurgie

En l'absence d'une réelle politique de recyclage pour les laitiers de convertisseur, et compte tenu de l'augmentation des productions d'acier, de nombreux problèmes se sont posés à l'industrie sidérurgique au fil des ans. Aujourd'hui, d'immenses surfaces sont occupées par ces coproduits. Ainsi 37% des laitiers d'aciérie produits (laitier de convertisseur et électrique) sont mis en dépôt en Europe en 2002 (Fig. 1. 23 et Fig. 1. 24) [BIALUCHA, 2005]. En France, en 2007, ce chiffre est de 28% pour des laitiers de convertisseur [CTPL, 2008].



Fig. 1. 23 : Principaux débouchés des laitiers de convertisseur à l'échelle de l'Europe [BIALUCHA, 2005]

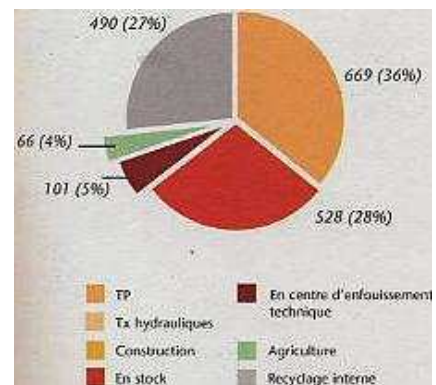


Fig. 1. 24 : Principaux débouchés des laitiers de convertisseur en France [CTPL, 2008]

1.3.1.2 *Traitement de sols*

La chaux (CaO) est depuis longtemps connue dans le traitement de sols argileux et humides. L'hydratation de la chaux au contact de l'eau du sol provoque une consommation d'eau et une évaporation importante, ce qui est mis à profit pour l'assèchement des sols.



Par ailleurs, l'adjonction de chaux au sol provoque une modification de la qualité des argiles par échange des cations alcalins (Na^+ , K^+ ...) par des cations Ca^{++} apportés par la chaux; ceci développe des forces électriques conduisant à une agglomération des fines particules argileuses en particules grossières et friables.

Un sol argileux et humide passe donc d'un état plastique à un état solide, friable, facilement exploitable et perd une partie de sa sensibilité à l'eau. La teneur en chaux utilisée est environ de 3 à 5% rapportée au poids de sol sec en fonction de la teneur en eau du sol.

Les laitiers d'aciérie de conversion peuvent contenir potentiellement en leur sein une importante quantité de CaO libre. Cette quantité est évidemment utilisable dans le traitement de sols. Un brevet (SCOR+) a été développé sur l'utilisation de ces matériaux à une teneur en chaux variée en traitement de sol aux Etats-Unis [BOMPAY, 2004].

Les laitiers d'aciérie de conversion représentent des quantités importantes de CaO et MgO en leur sein, ce qui leur confère une grande alcalinité ($(\text{CaO}/\text{SiO}_2) > 3$ ou $\text{pH} > 10$) permettant de corriger des sols acides dont le pH est trop faible. Deux exemples, l'un en

Angleterre et l'autre en Brésil, mettent en évidence la fonction de la correction des sols acides par ce laitier [ROBINSON *et al.* 2005, CTPL, 2002].

1.3.1.3 Utilisation en agriculture

Le chaulage du sol en utilisant les laitiers d'aciérie de conversion présente des intérêts non seulement sur la stabilisation des structures du sol et la correction de sol acide mais aussi sur l'alimentation des plantes due à l'existence des minéraux (calcium, manganèse, silicate, phosphore, fer, bore, zinc, molybdène et cobalt) au sein de ces laitiers, qui sont des micros nutritifs essentiels pour les plants cultivés [REX, 2002]. C'est pour cette raison, depuis longtemps, que des laitiers d'aciérie de conversion ont été utilisés comme agents favorisant la fertilisation du sol pour améliorer et augmenter la production agricole.

L'utilisation de ces laitiers participe à une action écologique. Elle fait partie de la fertilisation du sol en fournissant des éléments nutritifs en faveur du développement et de la résistance aux maladies et infections des plants sans provoquer des risques environnementaux. Les expériences de terrain sur une période de plusieurs années consécutives et les récoltes effectuées sur les sols traités par ces laitiers en Allemagne, en Autriche et au Brésil sont des preuves claires permettant cette utilisation en agriculture sans soucis [REX, 2000, CTPL, 2002].

1.3.1.4 Utilisation en infrastructure routière

L'utilisation des LAC en agriculture ne consomme que 4% de la production totale en Europe (Fig. 1. 23) alors que l'utilisation en construction routière atteint un chiffre d'environ 40% (essentiellement en remblais). Celle-ci représente donc une énorme consommation permettant de réduire une importante quantité de ces laitiers actuellement stockés.

A En terrassement

L'utilisation des laitiers d'aciérie de conversion, malgré des performances mécaniques relativement élevées, se limite encore à des applications de GNT, à des remblais généraux, matériaux drainant, pieux ballastés...où les exigences de la stabilité dimensionnelle du matériau ne sont pas essentielles.

A titre d'exemple, le terrassement d'une section de l'autoroute A54 (Nîmes- Salon de Provence) a été totalement réalisé en remblai en utilisant des laitiers de convertisseur. Avant de construire cette route, une planche d'essai a été réalisée sur laquelle ont été testés des laitiers d'âge différents sur une épaisseur de 1 m environ mise en œuvre en 2 couches

[SIMON, 1994]. Des relevés mensuels ont été effectués sur cette planche d'essai. Les résultats obtenus ont montré qu'aucune instabilité volumique n'a été constatée pour la partie réalisée avec les laitiers les plus anciens alors que le gonflement est apparu pour la partie réalisée avec le laitier le plus récent.

A l'issue de cette planche d'essai, il a été décidé d'utiliser les laitiers de vieille production 0/80mm dans la construction des remblais de l'autoroute A54. La quantité de ces laitiers était de 400 000 tonnes.

B En chaussées

B.1 Utilisation du laitier d'aciérie de conversion en couche de roulement

Cette utilisation paraît la plus porteuse d'intérêt, du fait surtout que le laitier, après stabilisation volumique, possède de très bonnes qualités mécaniques et une grande résistance à l'usure.

Les premières planches expérimentales réalisées il y a vingtaine d'années sur des bétons bitumineux à base de laitier LD non traité ont conduit à des désordres (apparition d'excroissances à la surface du revêtement non circulé) après quelques mois [ALEXANDRE, 1993].

Pour pallier les problèmes liés au gonflement de la chaux présente au sein des laitiers, le concassage de ces matériaux suivi d'un vieillissement, soit à l'air, soit à l'eau ou à la vapeur est réalisé afin que la quantité de la chaux libre puisse descendre à un niveau acceptable et qu'un gonflement n'aboutisse pas à la destruction des ouvrages.

Yongjie *et al.* ont effectué des essais sur des mélanges à base de LAC et des fines naturelles en vue de fabriquer des enrobés bitumineux. Avant l'introduction du LAC dans les mélanges, ces laitiers sont trempés dans l'eau à 60°C pendant 24, 48, 72, 96 et 120 heures. Les gonflements ont été mesurés et sont reportés dans la Fig. 1. 25. Le gonflement après 120h est inférieur à 1%, assurant que ces laitiers sont utilisables dans la fabrication des mélanges pour les enrobés bitumineux [YONGJIE *et al.*, 2006].

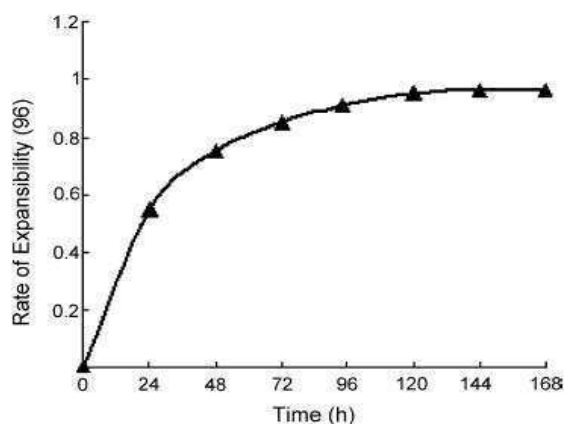


Fig. 1. 25: Courbes d'expansion du laitier immergé dans l'eau à 60°C [YONGJIE *et al.* 2006]

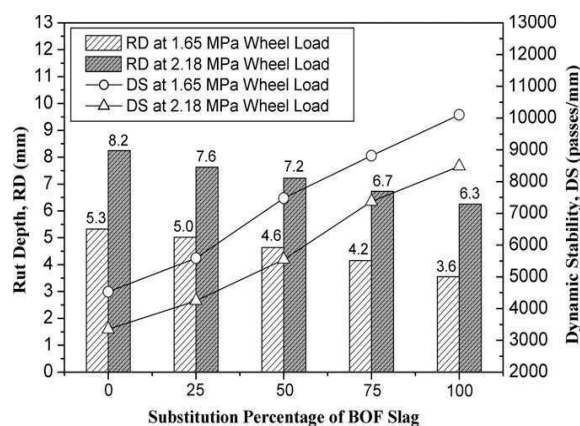


Fig. 1. 26: Résultats du test de la profondeur d'orniérage et de la stabilité dynamique [SHEN *et al.*, 2007]

La couche de roulement d'une voie express à 4 voies a été réalisée avec ces enrobés bitumineux. Après 2 ans de mise en service, les laitiers de convertisseur se situant au sein des enrobés bitumineux présentent des performances excellentes en terme de rugosité, d'orniérage, et de fissuration.

De plus les tests de profondeurs d'orniérage ont montré que plus la proportion de LAC est importante dans les mélanges bitumineux, plus la profondeur d'orniérage est faible (Fig. 1. 26) [SHEN *et al.*, 2007]

Ainsi, à l'image des travaux de différents auteurs, le laitier d'aciérie de conversion est donc une source potentielle de matériau en quantité importante pour fournir le marché de la construction routière, particulièrement pour la construction de couche de roulement. Cette utilisation est bénéfique non seulement pour la consommation du laitier actuellement stocké en grande quantité mais aussi pour la préservation des ressources naturelles. Mais il faut noter que ces laitiers doivent être traités par un procédé de vieillissement pour que le gonflement engendré par la présence de chaux libre soit admissible, avant de pouvoir être utilisé dans le domaine de la construction.

B.2 Tentatives d'utilisation du laitier d'aciérie de conversion en couche d'assises

Le risque d'expansion du laitier d'aciérie de conversion, pouvant apparaître plusieurs mois, voire plusieurs années après la mise en place, a jusqu'à présent toujours dissuadé les ingénieurs routiers d'utiliser ces laitiers comme granulat dans des mélanges grave-laitier.

Afin de résoudre les problèmes liés au gonflement des LAC, la voie principale en cours d'exploration est l'optimisation du vieillissement. Ce procédé présente l'inconvénient

inévitable de devoir laisser ces laitiers en plein air pendant plusieurs mois, soumis aux intempéries. Cependant, l'évolution de ces matériaux reste trop limitée et ce procédé exige une grande surface de stockage au détriment de la protection de l'environnement.

Une autre voie envisagée est de mettre au point la formulation d'un mélange utilisant des granulats inertes et du laitier de convertisseur peu ou pas mûré (fraîche production, risque fort d'expansion), optimisé pour absorber les gonflements. Cette technique représente une valorisation de ces laitiers sans avoir recours à une période de maturation. Ainsi, les travaux de Rayssac [RAYSSAC et al., 2008] ont consisté à formuler des mélanges en associant les laitiers « fraîche production » LD (10% environ de chaux libre) de fraction 0/10mm au laitier cristallisé de haut-fourneau (HF) ou de calcaire de fraction 10/20 mm (granulats inertes), selon différentes proportions massiques.

Ces mélanges sont soumis à l'essai de vapeur « Steam Test » pendant 168 heures [EN, 1998] pour mesurer leurs gonflements. Ces derniers sont ensuite comparés aux gonflements théoriques calculés selon le modèle d'empilement compressible (MEC) implémenté dans le logiciel René-LCPC [SEDRAN et al., 1994].

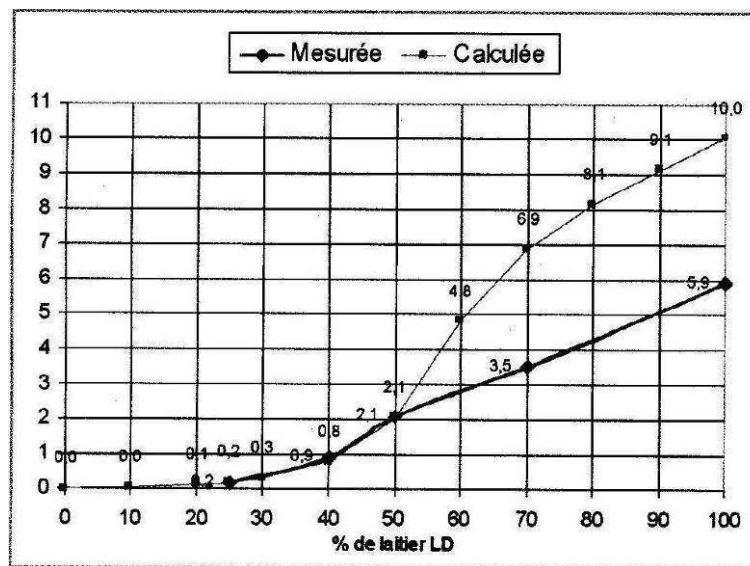


Fig. 1. 27: Courbes de gonflements théorique et mesuré du mélange avec le laitier de haut fourneau, en fonction du pourcentage de laitier LD
[RAYSSAC et al., 2008]

L'objectif de cette étude vise à confectionner des mélanges à gonflements contrôlés ou des mélanges « peu gonflants », et de prévenir les gonflements des mélanges contenant différents pourcentages de laitiers de convertisseur.

Les résultats de ces travaux sont présentés dans les Fig. 1. 27 et Fig. 1. 28. Une bonne corrélation entre la courbe de gonflement expérimentale et celle théorique de HF (Fig. 1. 27) est bien établie lorsque le pourcentage de laitier LD 0/10 mm est inférieur à 50%. Le comportement est sensiblement le même selon la nature du mélange (LD/Calcaire ou LD/HF) se traduisant par des courbes de gonflement théoriques semblables.

Enfin, ces travaux montrent que pour un mélange contenant plus de 50% de laitier LD 0/10 mm, les valeurs de gonflement mesurées sont nettement inférieures à la théorie, avec un écart qui s'accroît avec la proportion du laitier LD et que pour respecter la limite admise pour une utilisation en couche de fondation (gonflement maximum de 5%), les mélanges ne devraient pas dépasser 60% de laitier LD 0/10 mm (Fig. 1. 27).

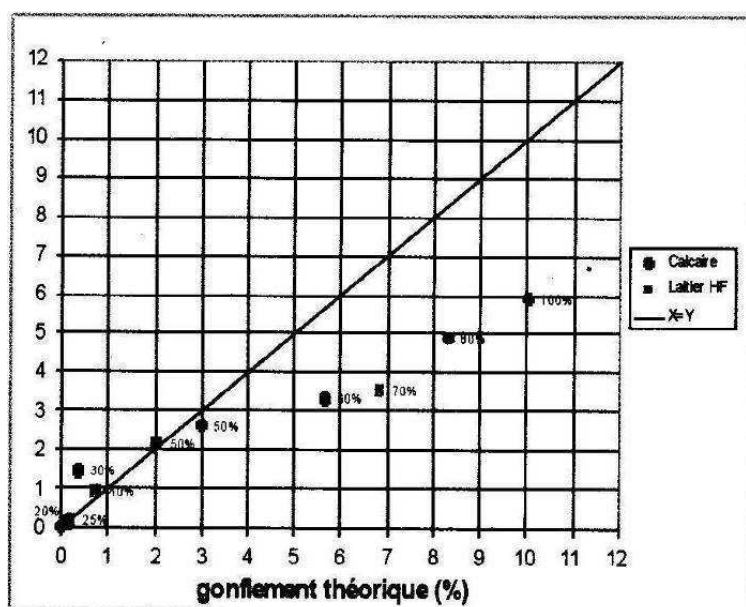


Fig. 1. 28: Comparaison entre gonflement théoriques et mesurés pour des mélanges comprenant de 0 à 100% de laitier LD 0/10 mm
[RAYSSAC *et al.*, 2008]

Ce travail ouvre donc des perspectives prometteuses pour l'utilisation des laitiers de convertisseur potentiellement instables en construction routière, en s'affranchissant des risques de dégradation des structures consécutives aux gonflements de ces derniers. De plus, elle permet d'utiliser les laitiers « fraîche production » à jeune âge, qui présentent un fort risque d'expansion sans vieillissement préalable.

1.3.1.5 Utilisation en travaux hydrauliques

Les LAC sont plus couramment employés en travaux hydrauliques comme matériau de couverture remplissant les zones érodées du lit de rivière et comme matériau protecteur des berges, des digues et des rives contre l'érosion provoquée par le courant d'eau.

Les raisons pour lesquelles les laitiers de convertisseurs sont utilisés avec succès lors de la construction des ouvrages hydrauliques depuis des décennies en Europe sont dues au fait que ces laitiers possèdent des qualités comparables ou même meilleures que celles des roches naturelles, telles qu'une bonne compatibilité environnementale, la résistance au gel, la résistance en compression et à l'abrasion, une forte rugosité [JOOST, 2002] et au fait que ce matériau peut être exploité localement à un prix inférieur à celui des roches naturelles en faveur de la protection des ressources naturelles.

Il faut cependant noter que ces laitiers, avant d'être employés dans les structures hydrauliques, doivent respecter le critère concernant la stabilité volumique. Ce dernier diffère suivant l'origine du pays : par exemple, si moins de 5% en masse de ce matériau s'est délité après 20 jours d'immersion dans l'eau à la température ambiante (Allemagne) ou 8 heures d'immersion dans l'eau bouillante (Pays bas), ces laitiers peuvent être utilisés en tant que granulat dans les ouvrages hydrauliques [JOOST, 2002].

1.3.1.6 Utilisation en cimenterie

Les LAC ont une composition massique en oxydes proche de celle des liants hydrauliques, selon le diagramme ternaire $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (voir Fig. 1. 11). La composition minéralogique montre qu'ils contiennent essentiellement C_2S , C_2F plus ou moins substitué à l'aluminium, une faible teneur en C_3S et de l'oxyde de fer Fe_{1-x}O . Mais en raison de la présence de solutions solides de wüstite comme phase minérale prédominante et de la faible quantité de C_3S , ce laitier présente une faible hydraulicité.

Un grand nombre d'études expérimentales et théoriques se sont intéressés à l'utilisation du laitier en tant que matière première dans la fabrication du clinker. L'étude a montré que l'ajout de LAC dans le cru permet d'abaisser la température de clinkérisation, et d'avoir ainsi une économie d'énergie lors de la production du clinker [GEISELER, 1996]. Monshi *et al.* ont montré qu'un mélange de laitier de convertisseur, de laitier granulé et de calcaire, chauffé dans un four rotatif à 1350°C pouvait former du clinker [MONSHI *et al.*, 1999].

D'autres chercheurs ont étudié l'utilisation du laitier de convertisseur comme élément additif au ciment. Shin *et al.* ont fait une étude sur le ciment « laitier de convertisseur »

constitué principalement de laitier de convertisseur, de laitier granulé et de ciment Portland [SHIN, 2000]. Bien que ce ciment présente des avantages relatifs à un plus faible coût en énergie, un faible dégagement de chaleur d'hydratation et un plus fort développement de la résistance à long terme, Ionescu *et al.* précisent que ce type de ciment possède toutefois des inconvénients, en particulier une plus faible résistance à jeune âge et un plus long temps de prise par rapport au ciment Portland [IONESCU, 2001].

D'autres études ont montré que le LAC peut être employé comme activant du laitier granulé lors de la fabrication de liant hydraulique routier (LHR) [MAHIEUX *et al.*, 2008]. Ces études ont porté sur l'association du laitier granulé au laitier de convertisseur vieilli possédant 5 % de CaO libre. Cette chaux a pour but d'activer le laitier granulé. Un catalyseur est utilisé pour accélérer le temps de prise. Ainsi un mélange constitué de 52,5% de laitier granulé, 42,5% de laitier de convertisseur et 5% de catalyseur permet d'obtenir des mortiers normalisés dont la résistance à la compression est supérieure à 10 MPa à 56 jours. Les essais de stabilité volumique ont montré qu'il n'y a aucun problème du gonflement avec ce liant.

1.3.2 Traitements des laitiers d'aciérie

Le traitement des laitiers s'attache donc, quelle que soit la méthode utilisée, à minimiser les deux quantités de CaO et MgO libre en favorisant des réactions consommant ces éléments potentiellement expansifs.

1.3.2.1 Abaissement de granularité : concassage et criblage

Il semble que le potentiel réactif de ce laitier se situe dans les fractions granulaires les plus grossières, où la teneur en chaux libre est importante. Ce point de vue est défendu dans le travail du LRPC de Lille sur l'analyse de scories LD [LRPC LILLE, 1998]

Fraction	Calcium libre dosé (%)	Chaux vive (%)
Tout venant	8,43	2,63
0/0,1 mm	19,61	-
0,1/0,5 mm	15,93	-
0,5/2 mm	12,93	4,06
2/10 mm	8,87	6,09
>10 mm	8,16	7,10

Tab. 1. 5 : Quantité de CaO libre en fonction de fraction granulaire

Le concassage permet d'une part de diviser la taille de la chaux libre, d'autre part d'augmenter la surface d'échange entre les laitiers et le milieu ambiant : plus cette surface est

importante, plus l'hydratation et la carbonatation de la chaux libre seront complètes. Mais le problème posé par ce concassage préalable réside principalement au fait que la granularité du matériau n'est plus définie par l'usage qui en sera fait après, mais par le procédé de stabilisation. Le débouché de ces granularités peut ainsi être limité, surtout pour les fractions les plus fines.

1.3.2.2 *Vieillessement naturel*

Le vieillissement naturel consiste à exposer les laitiers aux intempéries. L'action conjuguée de l'humidité et du gaz carbonique présents dans l'atmosphère va peu à peu transformer la chaux libre en composés plus stables suivant les réactions :

Réaction d'hydratation : $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2$

Réaction de carbonatation : $\text{Ca(OH)}_2 + \text{CO}_2 \rightarrow \text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$

Les laitiers obtenus ont donc une teneur en chaux libre abaissée et par conséquent la stabilité volumique est assurée.

Au Brésil, les industriels ont amélioré la technique en stockant le laitier en couches minces, qui sont arrosées et brassées pendant environ 2 mois (Procédés ACERITA) [DA SILVEIRA *et al.*, 2005].



Fig. 1. 29 : Procédé ACERITA, vieillissement naturel du laitier LD
[DA SILVEIRA *et al.*, 2005]

Le grand avantage du vieillissement naturel est de ne pas mettre en œuvre de procédé industriel complexe. Mais il existe quelques limites :

- l'espace important pour le stockage des scories ;
- la durée longue de l'exposition des laitiers en plein air (de l'ordre de plusieurs mois) ;
- l'impact non négligeable sur l'environnement du séjour prolongé de ces laitiers ;

- la quantité significative de chaux vive résiduelle contenue dans les laitiers, même après un séjour prolongé ;
- le vieillissement naturel ne se produit que pour les scories situées en surface du tas.

1.3.2.3 *Vieillissement artificiel*

A *Vieillissement par la vapeur*

Ce procédé, développé et utilisé au Japon, consiste à mettre des laitiers de convertisseur en tas enveloppé sous une tente et soumis à la vapeur. L'injection de la vapeur s'effectue pendant 48 heures. Ce traitement dure pendant 6 jours.

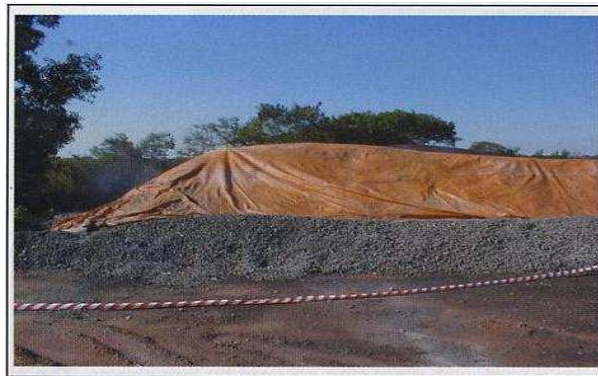


Fig. 1. 30 : Vieillissement à la vapeur du laitier LD
[DA SILVEIRA *et al.*, 2005]

Les laitiers obtenus après ce traitement, présentent 0,5% expansion volumique, ce qui est inférieur à la valeur admise par le JIS (Japaneses Industrial Standards) dont l'expansion maximale pour les pavages est de 1,5 % [DA SILVEIRA *et al.*, 2005]

B *Traitement par l'injection de sable (SiO_2)*

Le laitier peut également être traité à la source par le procédé Thyssen, développé en Allemagne, permettant la valorisation des laitiers de convertisseur immédiate.

Il s'agit ici d'ajouter du sable siliceux dans le laitier en fusion, en combinaison avec le soufflage d'oxygène (Fig. 1. 31) [KUEHN *et al.*, 2000].

Ce procédé présente l'inconvénient de nécessiter une grande énergie pour assurer la dissolution du sable dans l'acier en fusion ; par contre, la consommation de sable permet de former plus de C_3S et C_2S , ce qui fait diminuer la teneur de la chaux libre dans la fonte.

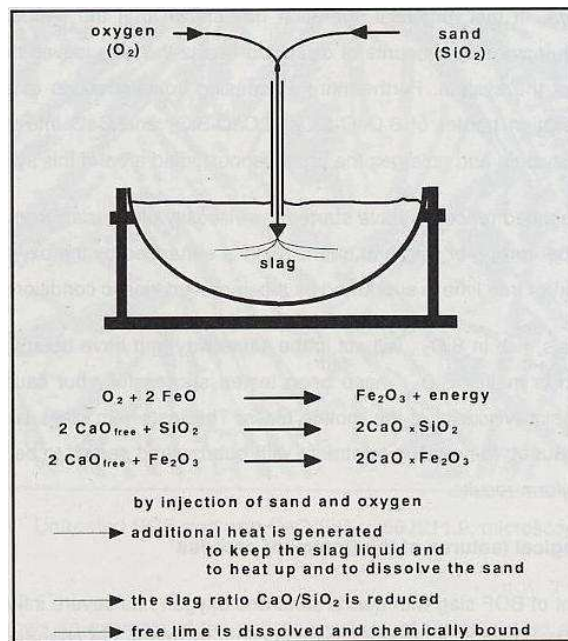


Fig. 1. 31 : Procédé Thyssen- Vieillissement par l'injection de sable
[KUEHN *et al.*, 2000].

1.3.2.4 *Traitement par le dioxyde de carbone*

Un brevet a été déposé concernant un procédé de vieillissement des laitiers par le dioxyde de carbone. Ce procédé consiste à recouvrir le laitier par une couche de carbonate de calcium fortement imperméable à l'eau.

Le laitier est d'abord concassé, criblé et tamisé en diverses tranches granulaires, en fonction des utilisations ultérieures. Ensuite, le produit obtenu est placé dans une enceinte confinée. Cette enceinte peut se présenter sous la forme d'un tunnel ventilé et traversé par un tapis roulant. Dans ce tunnel, l'air ventilé est enrichi en dioxyde de carbone (au moins 5% de CO₂). Une carbonatation du produit a alors lieu, ce qui entraîne la formation d'une croûte d'imperméabilisation à la surface des grains.

Afin de rompre cette croûte de protection, il faudra veiller à broyer les matériaux. Cette solution est rapide par rapport à un vieillissement en tas, et ne nécessite pas une place de stockage très importante.

1.3.2.5 *Neutralisation de la chaux par des sels acides et par l'ajout de sous-produits industriels*

Le principe du procédé est de neutraliser la chaux présente dans les laitiers par l'adjonction d'un réactif acide, à température ambiante ou dans le laitier en fusion.

A température ambiante, l'ajout de sulfate d'aluminium ($\text{Al}_2\text{SO}_4, 17\text{H}_2\text{O}$) ou de sulfate de fer ($\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$ ou $\text{FeSO}_4, 4\text{H}_2\text{O}$) à un échantillon de LAC de faible granulométrie ne permet pas de neutraliser la chaux. Par contre l'ajout de coproduits industriels tels que les cendres volantes silico-alumineuses, le laitier cristallisé, le laitier granulé, de résidu de la métallurgie de l'aluminium (alumica) au laitier fondu permet de diminuer la teneur en chaux quelles que soient les conditions de recuit et les teneurs de l'ajout [PRIN- FERREIRA, 2000].

1.3.2.6 Conclusion

Toutes les méthodes décrites précédemment permettent de neutraliser en partie le caractère expansif des laitiers d'aciérie mais elles présentent toujours des inconvénients. Les procédés de vieillissement naturel nécessitent des grandes surfaces de stockage pour faire vieillir les LAC, alors que les procédés traitant ces matériaux à l'état chaud exigent de nouveaux matériels et une technicité, ce qui les rend moins compétitifs que les granulats naturels. C'est pour cette raison qu'il n'y a à l'heure actuelle aucun procédé fiable, d'un point de vue à la fois technique et économique, dans le traitement des laitiers de convertisseur.

1.4 Conclusion

L'industrie de la production d'acier génère une énorme quantité de laitier de convertisseur à oxygène (12 millions de tonnes par an en Europe et 1,4 million de tonnes par an en France). En l'absence d'une réelle politique de recyclage, la plupart de ces laitiers reste encore en stockage. Face aux exigences de la protection de l'environnement ainsi que de la préservation des ressources naturelles, l'emploi de ces laitiers devient indispensable. Plusieurs recherches sur la valorisation de ces laitiers dans de nombreux domaines comme l'agriculture, la construction, la cimenterie... ont été réalisées afin d'augmenter le taux de recyclage au maximum mais il reste un grand effort à faire dû à la faible proportion de ces laitiers consommée dans ces utilisations.

Ces coproduits sidérurgiques résultent de la transformation de la fonte en acier par affinage à l'oxygène, en présence de chaux. Différents procédés au niveau de convertisseur existent et diffèrent par le mode d'insufflation d'oxygène (soit par le haut, soit par le bas ou bien par combinaison de ces deux méthodes), ce qui donne différents noms aux laitiers produits. Ils sont appelés respectivement et communément laitiers LD (Linz-Donawitz) ou laitiers LWS (Loire-Wendel-Sprunck) et mixte LD-LWS. Malgré leur origine différente, ils possèdent les mêmes propriétés à la fois chimiques et mécaniques.

La Lorraine est l'un des pôles de production d'acier en France, connu pour ces laitiers LWS. Ces laitiers sont, jusqu'à présent, stockés en grande quantité. Mais ces matériaux, de bonne qualité mécanique, ne sont généralement pas stables dans le temps car la chaux et la magnésie libre qu'ils contiennent s'hydratent et provoquent des expansions volumiques importantes, ce qui conduit à la dégradation des ouvrages. Pour que ces matériaux puissent être utilisables, la réduction de la quantité de la CaO libre et MgO est incontournable, soit par le vieillissement, soit par la neutralisation ou traitement des laitiers à l'état chaud. Ces méthodes demandent un investissement tant en personne que d'un point de vue technologique, ce qui rend les laitiers valorisés moins compétitifs que les granulats naturels.

Une autre méthode prometteuse de la valorisation de ces matériaux pour n'importe quelle teneur en chaux et en magnésie est de mélanger les granulats LWS potentiellement expansifs avec des granulats inertes en optimisant la répartition granulométrique de façon à absorber l'expansion des grains de laitier dans les vides.

Chapitre 2 : Caractérisation des LAC LWS

Afin de pouvoir quantifier et maîtriser l'expansion volumique des laitiers d'aciérie due à l'hydratation et/ou à la carbonatation de la chaux présente au sein de ces matériaux, il est indispensable de bien caractériser leurs propriétés. Ainsi, l'objectif de ce chapitre est de mettre en évidence les caractéristiques chimiques et physiques des LAC utilisés au cours de ce travail.

2.1 Origine et référence des matériaux

Trois laitiers d'aciérie de conversion LWS de « fraîches productions » ont été étudiés. L'un est un mélange de laitiers issus de plusieurs productions d'aciers (pratique habituelle de l'aciérie), les deux autres proviennent chacun d'une seule production spécifique ; ils diffèrent par leurs teneurs en CaO libre (l'un est riche, l'autre est pauvre). Un quatrième laitier de vieille production issu de plusieurs coulées d'acier a également été étudié ; au moment du prélèvement, il était âgé de 3 ans environ. Ces laitiers sont référencés respectivement BS1, BS2, BS3 et BSO (BS pour BOF Slag).

Après refroidissement en fosse, reprise, criblage/concassage, les LAC se présentent sous la forme d'un tout-venant 0/60 au sein duquel les grains ont des faciès variés, allant de compact à caverneux. Les prélèvements ont été effectués par le partenaire industriel (SLAG)

(Fig. 2. 1 et Fig. 2. 2). La quantité totale livrée est environ de 2 tonnes pour chaque type de LAC.

Un sable 0/6 et un gravillon 6/20 de Laitier de Haut Fourneau cristallisé (LHF) ont été également utilisés pour certains mélanges. La quantité est environ de 200 kg pour chaque coupure.



Fig. 2. 1: LAC LWS de « fraîche production »



Fig. 2. 2: LAC LWS de « vieille production »

2.2 Propriétés chimiques et minéralogiques

2.2.1 Composition chimique et minéralogique

La composition en oxydes des trois LAC a été déterminée par fluorescence X. Cette analyse a été effectuée sur un appareil à dispersion de longueur d'onde Bruker. Les mesures ont été faites à plusieurs reprises sur des produits fraîchement broyés issus d'un mélange de grains de différents faciès et de différentes tailles. Les valeurs moyennes obtenues pour les quatre laitiers sont données dans le Tab. 2. 1.

Elles sont comparables à celles publiées dans la littérature [BARBIER, 2001], indiquant ainsi une certaine régularité chimique de ces coproduits sidérurgiques. Ces matériaux contiennent majoritairement CaO , Fe_2O_3 et SiO_2 , en quantités proches pour les trois LAC de fraîche production. On trouve aussi, en faibles quantités, MgO , MnO , Al_2O_3 et P_2O_5 , ainsi que des traces de TiO_2 , V_2O_5 , SrO et Cr_2O_3 qui confirment le classement «non dangereux» de ces produits [DEC, 2002].

On remarque une forte valeur de la perte au feu pour le laitier de vieille production BSO, ce qui montre la présence de composés carbonatés ou hydratés au sein de ce matériau.

	BS1	BS2	BS3	BSO
Na ₂ O	0,01	0,13	0,13	0,03
MgO	5,98	6,10	7,62	7,61
Al ₂ O ₃	1,45	1,74	2,33	1,44
SiO ₂	8,88	13,28	11,39	8,00
P ₂ O ₅	1,91	2,43	2,11	1,39
SO ₃	0,21	0,46	0,50	0,42
K ₂ O	-	0,01	0,01	-
CaO	43,46	40,60	40,94	36,25
TiO ₂	0,78	0,90	0,75	0,45
Cr ₂ O ₃	0,12	0,23	0,20	
MnO	3,59	4,29	3,78	1,78
Fe ₂ O ₃	32,66	30,80	29,80	20,13
SrO	0,03	0,03	0,03	0,02
NiO	0,74	-	-	-
V ₂ O ₅	0,17	-	-	-
PAF	< 0,5	< 0,5	< 0,5	22,80

Tab. 2. 1: Composition chimique moyenne des quatre LAC, mesurée par fluorescence X (% massique).

Afin d'étudier d'éventuelles variations de composition en fonction de la taille des grains, l'analyse a également été effectuée sur une même variété de laitier (BS1) mais de tranches granulaires différentes. Les valeurs obtenues pour les tranches granulaires 0/20, 8/20 et 4/8 sont reportées dans le tableau Tab. 2. 2.

On constate que ces laitiers ont une composition quasi-identique quelle que soit la taille. Ces mêmes essais ont été également réalisés sur BS2 et BS3 et ont abouti aux mêmes conclusions.

	0/20	8/20	4/8
MgO	6,60	6,10	5,24
Al ₂ O ₃	1,98	0,94	1,43
SiO ₂	8,70	8,92	9,03
P ₂ O ₅	1,74	2,15	1,85
SO ₃	0,20	0,23	0,19
CaO	42,03	43,67	44,69
TiO ₂	0,65	0,86	0,84
V ₂ O ₅	0,16	0,19	0,17
Cr ₂ O ₃	0,15	0,10	0,10
MnO	3,15	4,05	3,56
Fe ₂ O ₃	34,27	32,11	31,61
NiO	0,69	0,78	
SrO	0,03	0,03	0,03
PAF	0,00	0,00	0,00

Tab. 2. 2: Composition chimique de trois coupures différentes de BS1, mesurée par fluorescence X (% massique)

2.2.2 Analyse par diffraction X

L'étude minéralogique des phases cristallisées a été réalisée par diffraction des rayons X. Les diffractogrammes ont été enregistrés sur un diffractomètre PHILIPS « X-Pert Pro » avec les radiations $K(\alpha_1 \text{ et } \alpha_2)$ du cuivre et la caractérisation des différentes phases cristallisées a été réalisée grâce au logiciel DIFFRAC PLUS EVA®. La Fig. 2. 3 présente les diagrammes obtenus sur des échantillons fraîchement broyés des trois LAC. Les phases majoritaires sont C_2S (variété β), C_2F et $Fe_{1-x}O$. On observe aussi de la chaux libre (CaO) et, dans une moindre mesure, de la chaux hydratée $Ca(OH)_2$ et de la chaux carbonatée ($CaCO_3$). MgO et MnO n'apparaissent pas car ils sont vraisemblablement associés en solution solide à $Fe_{1-x}O$ [SPANAGEL, 1996]. D'ailleurs, les raies de cet élément sont légèrement décalées par rapport à l'angle 2θ de référence. De même, Al_2O_3 est combiné à C_2F (Brownmillerite ou $Ca_2(AlFe)O_5$), ce qui se traduit également par un léger décalage des pics relatifs au C_2F par rapport à l'angle 2θ de référence. C_3A et C_4AF n'ont pas été détectés. Aucun halo vitreux n'est observé sur les diffractogrammes ce qui indique que ces matériaux sont bien cristallisés et ne présentent pas de phase vitreuse.

L'étude de l'influence de la taille des grains sur la composition minéralogique a également été menée par diffraction des rayons X. La figure Fig. 2. 4 présente les diffractogrammes d'un même laitier (BS1) de différente tranche granulaire (0/4, 0/20, 8/20).

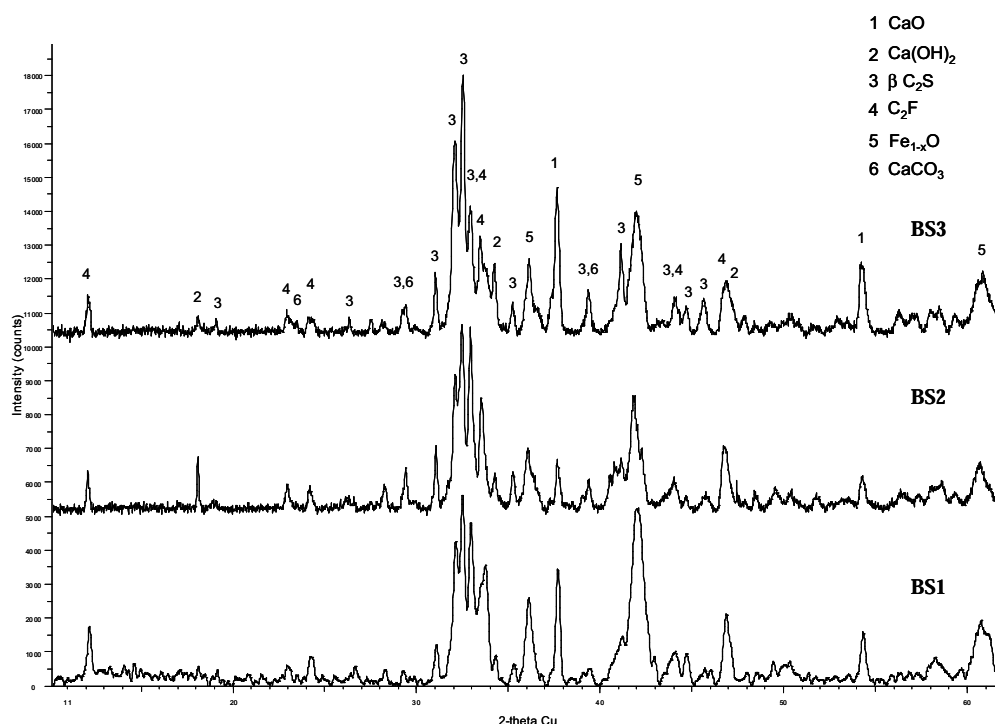


Fig. 2. 3 : Analyses DRX des trois LAC (anticathode de cuivre $K\alpha$, $\lambda=1.54506\text{\AA}$)

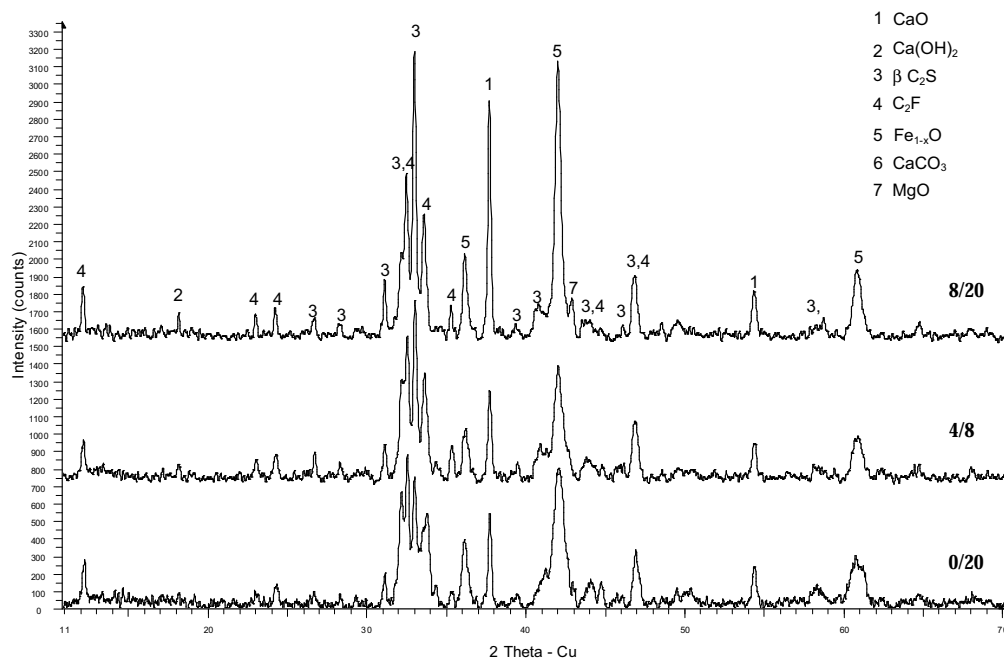


Fig. 2. 4 : Analyses DRX de BS1 suivant différentes tranches granulaires (anticathode de cuivre $K\alpha$, $\lambda=1.54506\text{\AA}$)

Les matériaux ont été broyés juste avant l'analyse. Les diffractogrammes sont quasiment identiques et confirment une bonne homogénéité du matériau, quelle que soit la tranche granulaire considérée. Ce phénomène a déjà été constaté lors de l'analyse par fluorescence X. On peut cependant noter une intensité de pics de diffraction de la chaux vive plus intense pour la tranche 8/20, que pour les autres tranches granulaires. Les grains plus fins (0/20, 4/8), de plus grande surface spécifique, ont probablement réagi en surface, depuis leur élaboration, avec la vapeur d'eau ou le dioxyde de carbone présent dans l'air, diminuant ainsi la teneur moyenne en CaO vive au sein de la poudre broyée issue de l'intégralité du matériau.

Les diffractogrammes de laitier de fraîche et de vieille production, respectivement BS1 et BSO, sont présentés sur la figure Fig. 2. 5. On peut noter la présence en très grande quantité de la calcite sur le diffractogramme du laitier de vieille production mettant en évidence la forte carbonatation de ces matériaux au cours du temps. Ce fait confirme bien la forte valeur de perte au feu obtenue lors de l'analyse par fluorescence X. Les pics de diffraction caractéristiques de C_2S sont nettement plus faibles ou quasi inexistant ce qui met en évidence aussi l'évolution de cette phase, qui s'hydrate au cours du temps, formant un gel C-S-H, non identifiable par diffraction des rayons X.

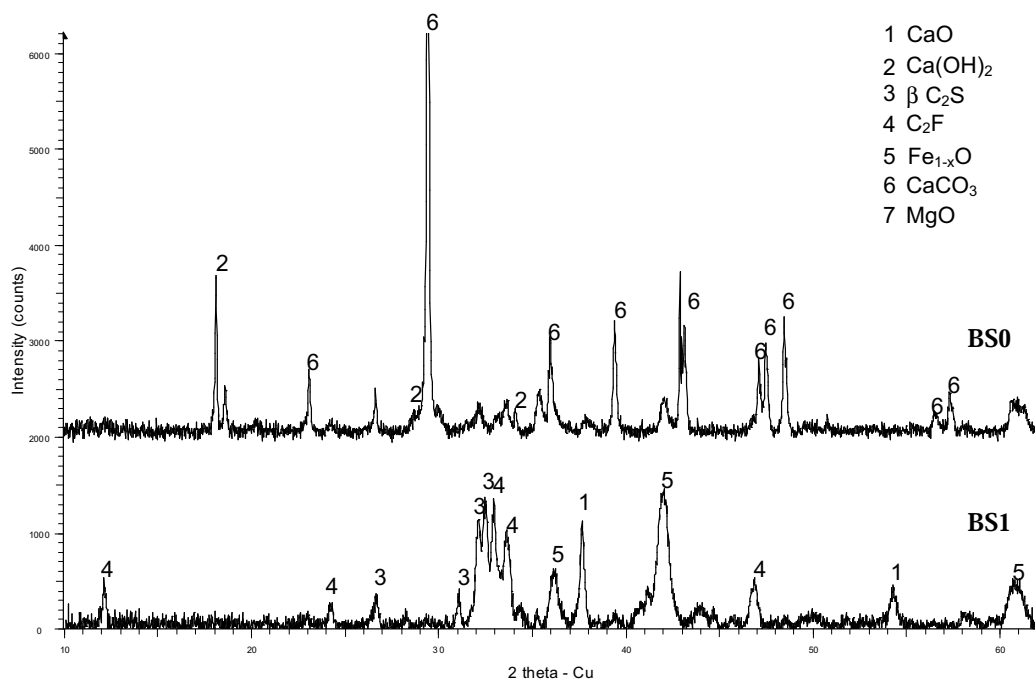


Fig. 2. 5 : Analyses DRX de fraîche et vieille production (anticathode de cuivre K α , $\lambda=1.54506\text{\AA}$)

Pour la suite de l'étude, ce sont essentiellement les LAC BS1, BS2 et BS3 qui ont été étudiés car ils contiennent le plus de chaux vive, qui est la phase la plus réactive et qui pose le plus de problème pour envisager la valorisation des laitiers dans le domaine des techniques routières.

Comme il a été mentionné précédemment, ces matériaux ont des faciès variés, allant de compact à caverneux. Les diffractogrammes enregistrés sur ces 2 types de faciès n'ont montré aucune différence significative. On peut donc conclure, là encore, que la composition minéralogique n'a pas de rapport avec la morphologie des grains.

2.2.3 Microsonde de Castaing

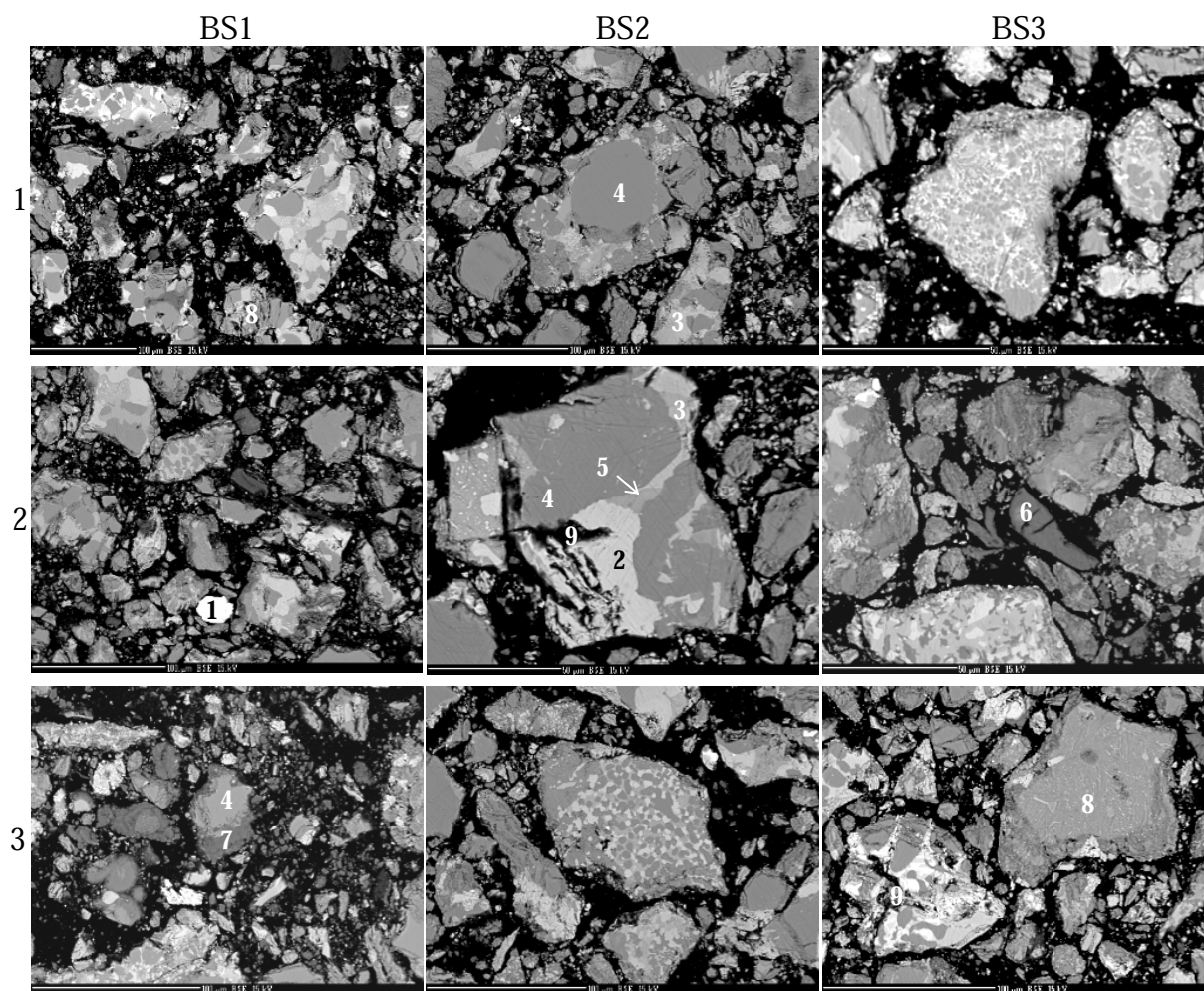
Des analyses à la microsonde de Castaing ont été réalisées sur sections polies de fillers. Elles donnent une excellente illustration de la répartition spatiale des phases associée à la détermination précise de leur minéralogie.

L'examen des produits à la microsonde électronique nécessite au préalable de les préparer sous forme de coupes métallographiques. Après enrobage des échantillons dans une résine époxy, une face est soigneusement polie au moyen de papiers abrasifs ou carbure de silicium de granulométries de plus en plus fines. Afin de préserver les espèces hydrolysables ou hydrosolubles, les échantillons ont été polis à sec. La préparation s'achève par le dépôt

sous vide d'un film conducteur de carbone, qui permet d'accroître la conductibilité superficielle des matériaux bombardés par le faisceau d'électron lors des analyses et d'éviter ainsi les effets de charge. Les analyses sont effectuées à l'aide d'une microsonde électronique CAMEBAX SX100 qui permet de déterminer ponctuellement par spectrométrie X (étalonnée sur des oxydes standards) la composition des différentes phases repérées sur les coupes métallographiques.

La Fig. 2. 6 présente quelques clichés réalisés sur les trois LAC. Les phases apparaissent d'autant plus claires que leur densité est élevée. Ont pu être identifiés ainsi, par la teinte et par analyse spectrométrique, « FeO » (avec MnO et MgO en solutions solides), C_2F (avec Al), C_2S , CaO, CSH, $Ca(OH)_2$ et des pores. Mais cette analyse révèle surtout l'extrême imbrication des phases, jusqu'aux tailles les plus ténues ($< 0,1 \mu m$). Chaque grain apparaît comme un assemblage compact des différentes phases et les structures observées sont très variées. Les plages d'apparence homogène peuvent atteindre quelques microns (BS2-3, BS3-1), voire dizaines de microns au maximum (BS1-1, BS2-1, BS2-2, BS3-2). Mais, dans leur grande majorité, elles sont inférieures au micron. A l'analyse, ces phases se révèlent être le plus souvent « contaminées » par un ou plusieurs autres éléments. La chaux libre apparaît parfois sous forme de grains micrométriques, confinés au sein des autres phases (BS2-2). On la trouve aussi sous forme de grains rendus indépendants par le broyage – cette chaux pouvant être alors éteinte (BS3-2) –, ou bien sous forme de micro-inclusions associées à C_2S (BS3-3). Des grains de C_2S peuvent être partiellement hydratés en C-S-H (BS1-3). Enfin, comme signalé précédemment, on trouve à ces échelles des zones poreuses au sein des grains (BS2-2, BS3-3, par exemple).

D'une manière générale, les trois LAC présentent globalement les mêmes caractéristiques, de sorte qu'il n'est pas réaliste de vouloir les distinguer par cette technique d'analyse. En revanche, elle permet de visualiser la composition et l'aspect intime de ces matériaux et de montrer leur complexité singulière. En particulier, on retiendra que la chaux est très fine, et qu'elle se présente sous forme de grains le plus souvent piégés dans la matière, ce qui la rend plutôt difficilement accessible à l'eau ou à l'air.



1 : Fer métal (blanc) — 2 : FeO, avec MnO et MgO en solution solide (gris-blanc) — 3 : C₂F (gris clair) — 4 : C₂S (gris foncé) — 5 : CaO (à 84%) — 6 : Ca(OH)₂ — 7 : C-S-H — 8 : chaux en micro-inclusions dans C₂S — 9 : pores

NB : les nuances de gris ne sont pas uniformisées entre vues

Fig. 2. 6 : Analyse à la microsonde de Castaing de la composition minéralogique des LAC sur sections polies de fillers

2.2.4 Analyse au MEB

Le MEB permet d'identifier les différentes phases présentes dans les échantillons et d'apprécier leur faciès. De plus, le microscope utilisé (Hitachi FEG S4800) est équipé d'un spectromètre à dispersion de longueur d'onde (EDS) permettant d'estimer la composition des phases observées. Les échantillons observés au microscope électronique à balayage (MEB) sont déposés directement sous forme de poudre sur un support muni d'un scotch double face. Ils sont métallisés au carbone afin d'éviter les effets de charge.

Cette technique a été utilisée pour caractériser les laitiers après leur « mûrissement » à la vapeur (voir § 3.4.2).

2.3 Teneur en chaux libre

Les sidérurgistes ajoutent de la chaux ou du calcaire dans le convertisseur pour fixer les éléments indésirables de l'acier, protéger les briques réfractaires magnésiennes du convertisseur et réduire la densité du laitier. Pour des raisons d'efficacité, cette chaux est généralement introduite sous forme de particules très fines (fillers), et elle se combine avec la silice et le fer pour donner les phases calciques du laitier identifiées précédemment (C_2S et C_2F notamment). Une fraction excédentaire de cette chaux reste toutefois sous forme de chaux vive CaO ou hydratée ($Ca(OH)_2$), appelée « chaux libre ». Ces chaux peuvent ensuite se carbonater ($CaCO_3$). Comme vu précédemment, la chaux libre se trouve soit sous forme de grains fins disséminés dans le matériau, soit sous forme de micro-inclusions dans les phases silicatées et/ou ferreuses.

Plusieurs méthodes sont mentionnées dans la littérature (cf. chapitre 1) pour déterminer la teneur en chaux libre dans les laitiers d'aciérie de conversion, mais il n'existe pas de méthode unique pour quantifier les différentes formes de chaux libre présentes dans les LAC [HORNAIN, 1995]. Dans le cadre de ces travaux, la méthode d'extraction à l'eau sucrée (méthode Leduc) a été retenue car elle permet d'estimer de façon rapide et fiable, sans moyens sophistiqués, la quantité $CaO + Ca(OH)_2$. Ces deux formes de chaux n'ont pas la même évolution volumique et il importe a priori de les distinguer. Toutefois, dans ces fraîches productions, des analyses thermogravimétriques [BELHADJ *et al.*, 2010] ont montré que la teneur en hydroxyde de calcium ($Ca(OH)_2$) était plutôt faible, comparée à CaO . Les analyses thermogravimétriques réalisées sur les laitiers BS2 et BS3, fraîchement broyés et présentés par la suite confirment ce fait. Il a donc été admis, en première approximation, que la méthode Leduc donnait une bonne estimation de la teneur en CaO pour les fraîches productions ou les produits plus anciens (autres que les fines) fraîchement broyés.

2.3.1 Principe de la méthode de Leduc

Cette méthode permet de doser la chaux libre dans un échantillon de LAC. Le dosage consiste à complexer les ions calcium Ca^{2+} de la chaux présente par le saccharose ($C_{12}H_{22}O_{11}$). Les ions OH^- libérés en solution, par dissolution de l'hydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$, sont dosés par de l'acide chlorhydrique 0,1N jusqu'à décoloration de la phénolphthaléine.

2.3.2 Mode opératoire

Un échantillon représentatif de LAC, constitué de gros éléments exclusivement, est quarté, broyé puis tamisé à 80 μm et enfin séché à 105°C. 1 g de cette poudre est incorporé dans une solution d'eau sucrée préparée par dissolution de 30g de sucre dans 200ml d'eau distillée. La solution est agitée pendant 30 min puis filtrée sur Büchner. Un volume de 50 ml de filtrat est prélevé puis dosé par de l'acide chlorhydrique 0,1N en présence de phénolphthaléine comme indicateur coloré. Le point équivalent du dosage est marqué par le virage de l'indicateur coloré du rose à l'incolore.

La teneur en oxyde de calcium libre (W_{CaO}) exprimée en pourcentage en masse de matériau sec se définit ainsi :

$$W_{(\%)} = \frac{28.V_{\text{HCl}}.[\text{HCl}]}{V_{\text{prise.essai}}.m_{\text{laitier}}} \cdot 100 \quad [2.1]$$

où :

- V_{HCl} : volume de l'acide HCl en l
- $[\text{HCl}]$: concentration de l'acide chlorhydrique en mol/l
- m_{laitier} : masse de scorie en g
- $V_{\text{prise.essai}}$: volume de la prise d'essai en l

Une présentation illustrée de la méthode est présentée Fig. 2.7.

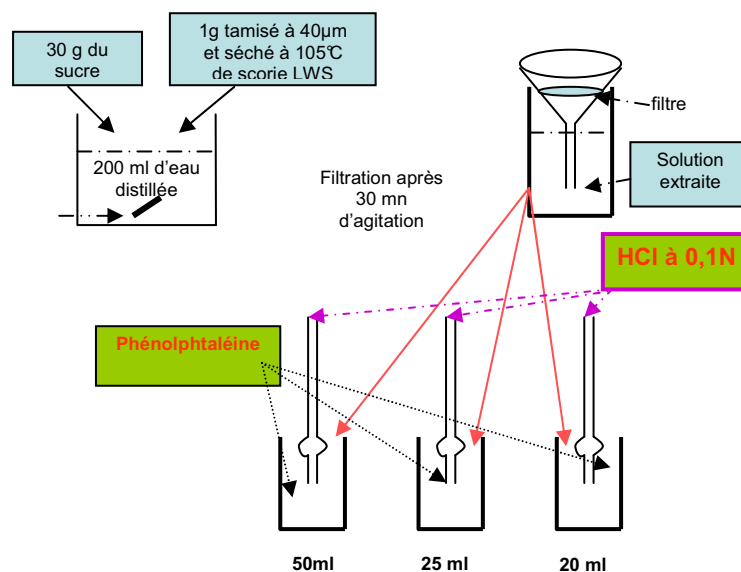


Fig. 2.7 : Schéma de la méthode de Leduc

2.3.3 Résultats

De très nombreuses mesures ont été réalisées sur les différents produits (voir annexes A1 et A2). Mais seules certaines d'entre elles ont pu être considérées comme représentatives, en raisons de conditions expérimentales souvent différentes, voire défailtantes (tailles de la fraction étudiée, âge et mode de conservation des poudres, etc.). Pour les 3 LAC, les teneur moyennes en chaux libre retenues, issues de la compilation des résultats obtenus sur plusieurs échantillons représentatifs de différentes fractions granulaires et de différents faciès, sont présentées dans le tableau Tab. 2. 3. Ce sont les valeurs mesurées sur la fraction inférieure à 40 μm issue du broyage de gros grains, immédiatement après broyage (voir plus loin).

Echantillons	BS1	BS2	BS3
Teneur moyenne en chaux Leduc (%)	7,5 à 8,2	6,7	10,2

Tab. 2. 3 : Teneur moyenne en chaux Leduc des trois LAC

Afin de vérifier si l'extraction de la chaux est complète, des diffractogrammes DRX du laitier le plus riche en chaux BS3 avant et après extraction ont été enregistrés et sont présentés sur la figure (seuls les pics les plus intenses et caractéristiques des différentes phases calciques sont indiqués sur la figure Fig. 2.).

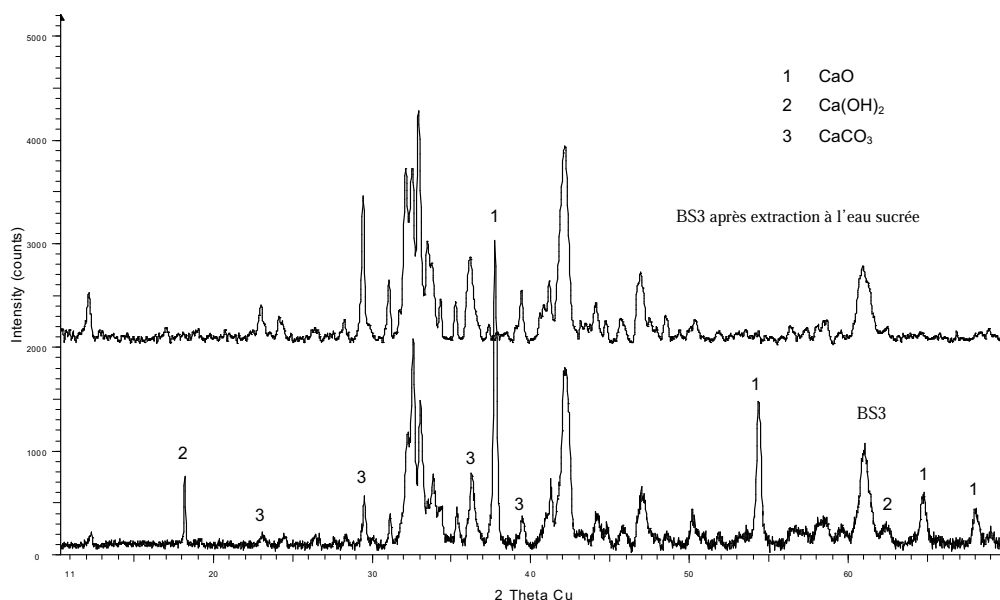


Fig. 2. 8 : Diffractogrammes DRX de la poudre avant et après extraction à l'eau sucrée

Les pics relatifs à la chaux vive et chaux éteinte disparaissent sur la poudre après extraction, ce qui constitue un indicateur de la dissolution de la chaux ($\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$). Par contre, la calcite est toujours présente dans la poudre.

On constate que BS3 est plus riche en chaux libre que BS2 ; rappelons que ces matériaux proviennent d'une seule coulée spécifique, à teneur en chaux constante (a priori). BS1, issu de plusieurs coulées, a une teneur variable, intermédiaire entre les 2 précédentes.

2.3.4 Evolution de la teneur en chaux libre selon la taille et au sein des granulats

Des dosages spécifiques ont été réalisés. Deux objectifs étaient visés ; le premier était de connaître la variation de la teneur en chaux libre au sein des granulats. Pour ce faire, les laitiers ont été meulés et séparés en 2 parties distinctes, l'une constituée par le cœur des grains et l'autre par la périphérie. Le second objectif était d'étudier l'évolution de la teneur en chaux libre en fonction de la taille des grains. Les granulats ont alors été fractionnés en différentes coupures : 0/4 ; 4/8 ; 8/20 ; 12,5/16 ; 20/25 et 25/31,5. Les prélèvements ont été broyés sous forme de poudre juste avant d'être dosés par la méthode Leduc.

Il faut signaler que ces travaux n'ont été réalisés que sur l'échantillon BS1, laitier issu d'un mélange de plusieurs coulées d'acier, ce qui relativise la pertinence des résultats obtenus. Par ailleurs, ces dosages ont été réalisés selon un mode opératoire différent de celui présenté § 2.3.2 (masse de sucre ajoutée inférieure, masse de laitier supérieure). Compte tenu de la forte alcalinité des produits, ces conditions opératoires font que les teneurs en CaO sont sous-estimées. Les valeurs comparatives obtenues indiquent toutefois des tendances pouvant être jugées fiables...

Les grains de coupures 12,5/16, 20/25 et 25/31,5 ont été meulés en périphérie. Les poudres issues du meulage, ainsi que les grains restant correspondant au cœur de ces LAC, ont été broyés puis tamisés à 80 μm avant dosage. Les résultats des dosages sont présentés dans le tableau Tab. 2. 4.

Position au sein du grain	Périphérie			Cœur		
Fraction granulaire (mm)	12,5/16	20/25	25/31,5	12,5/16	20/25	25/31,5
W_{CaO} (%)	4,55	5,06	4,27	4,64	6,29	5,95
$W_{\text{CaO-moyenne}}$ (%)	4,62			5,63		

Tab. 2. 4 : Variation de la teneur en CaO libre au sein des LAC

Les résultats obtenus montrent que la teneur en CaO libre au cœur des grains est bien supérieure à celle en périphérie, quelles que soient les tailles (excepté 12,5/16). L'écart entre deux valeurs moyennes représente 18 % environ. Ce fait peut s'expliquer par une hydratation et une carbonatation plus rapide du laitier en surface, entre l'élaboration des granulats et l'époque de la mesure. La chaux au cœur du matériau est moins accessible à l'eau et au dioxyde de carbone présents dans l'air.

Dans une autre série d'expériences, des échantillons de laitier BS1 de chaque granulométrie ont été réduits en poudre et tamisé à 80 μm juste avant d'être dosés par la méthode Leduc. Les résultats sont présentés dans le Tab. 2. 5 et sur la Fig. 2. 9

Coupure (mm)	0/4	3,15/4	4/8	8/20	12,5/16	20/25	25/31,5
W_{CaO} (%)	5,12	5,93	4,97	4,99	4,35	5,68	5,11
W_{CaO} moyenne (%)	5,16						

Tab. 2. 5 : Evolution de la teneur en CaO libre en fonction de la taille des grains BS1

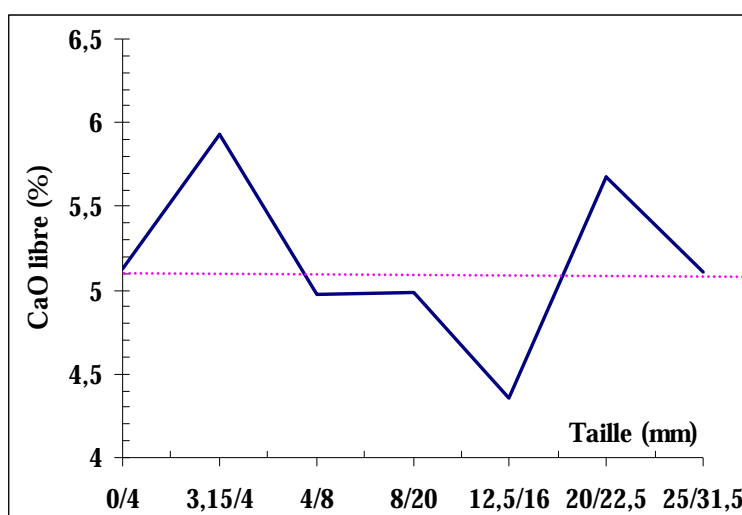


Fig. 2. 9 : Evolution de la teneur en CaO libre en fonction de la taille des grains BS1

La teneur en chaux obtenue varie relativement peu ou de façon non rationnelle avec la taille des grains, ce qui permet d'estimer qu'elle se distribue plutôt uniformément au sein du matériau.

Enfin, afin de déterminer l'influence de la taille de la poudre lors de l'analyse, un dosage a été réalisé sur différentes tranches granulaires inférieures à 125 μm de BS2 et BS3. Les fractions suivantes ont été produites : 0/0,04 ; 0,04/0,08 et 0,08/0,125 mm. Les teneurs obtenues sont rassemblées dans le tableau Tab. 2. 6 et sur la Fig. 2. . On constate que la chaux dosée est d'autant plus grande que la fraction granulaire est petite (ou que la surface spécifique est grande, voir plus loin). Les grains de fraction 0/0,04 mm présentent une

accessibilité à l'eau supérieure à celle des autres fractions ; le dosage en chaux libre sur cette tranche granulaire est donc plus représentatif de la quantité réelle de chaux libre présente dans les matériaux.

Type d'échantillon	BS2			BS3		
Fraction (mm)	0/0,04	0,04/0,08	0,08/0,125	0/0,04	0,04/0,08	0,08/0,125
W _{CaO} (%)	7,37	5,49	5,12	9,41	7,57	7,48

Tab. 2. 6 : Evolution de la teneur en CaO libre selon la taille des grains pour BS2 et BS3

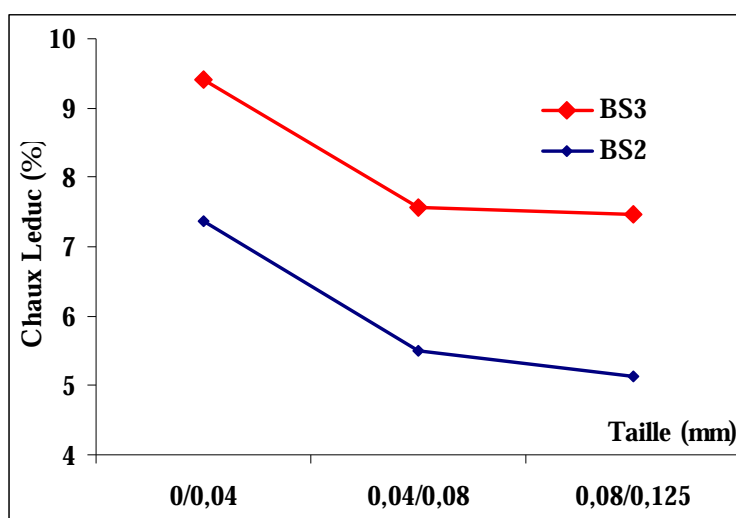


Fig. 2. 10 : Evolution de la teneur en CaO libre en fonction de la taille des grains BS2 et BS3

2.3.4.1 Évolutivité des LAC dans le temps

Les analyses effectuées ont montré aussi une certaine évolutivité de ces matériaux réduits en poudre au cours du temps. Pour mettre en évidence ce phénomène, des analyses DRX et thermogravimétriques ont tout d'abord été réalisées sur les laitiers BS2 et BS3, conservés sous forme de poudre.

Les diffractogrammes de rayons X de la poudre BS3 fraîchement broyée et de celle conservée à l'air pendant plusieurs semaines sont présentés sur la figure Fig 2. . On remarque une forte diminution de l'intensité du pic de diffraction relatif à la chaux vive avec, en compensation, une intensité plus intense des pics relatifs à l'hydroxyde de calcium et au carbonate de calcium.

Ces mêmes poudres ont été étudiées par analyse thermogravimétrique (ATG), qui permet de différencier et quantifier la teneur en hydroxyde de calcium de celle en oxyde de calcium. Cette technique permet aussi de déterminer la teneur en CaCO_3 . Rappelons que le principe est de suivre la perte de masse due à une déshydratation ou à une décarbonatation de

l'échantillon en fonction de la température. Les essais ont été réalisés grâce à une thermobalance Setaram TG92® ; les échantillons sont placés sous forme de poudre dans une nacelle en alumine et sont chauffés sous air, de 20°C à 1000°C à une vitesse de 5°C/min.

Les courbes thermogravimétriques, les pertes de masse associées et les teneurs de Ca(OH)_2 et CaCO_3 déduites de l'analyse ATG sont reportées sur la figure Fig. 2. et le tableau Tab. 2. 7.

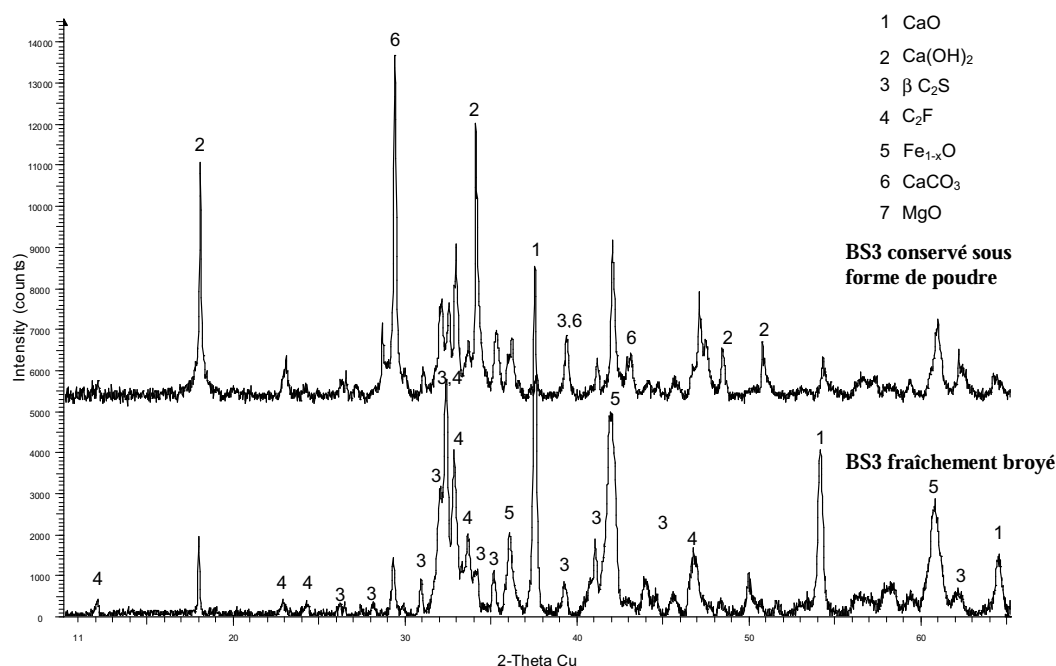


Fig 2. 11: Evolution de la teneur en CaO libre

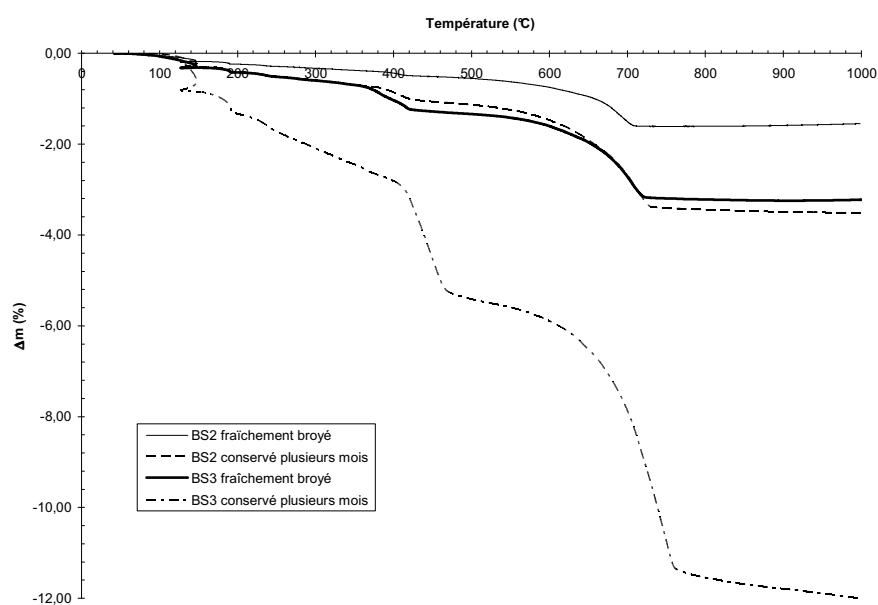


Fig. 2. 12 : Analyse thermogravimétrique des échantillons BS2 et BS3, fraîchement broyés et conservés à l'air plusieurs semaines.

Laitier \ T ^{re} (°C)	400-450°C		700°C	
	Ca(OH) ₂		CaCO ₃	
	Δm (%)	Teneur (%)	Δm (%)	Teneur (%)
BS2 frais	-0,13	0,53	-1,08	2,43
BS2 vieux	-0,37	1,52	-2,42	5,5
BS3 frais	-0,63	2,59	-1,94	4,41
BS3 vieux	-2,77	11,39	-6,345	14,41

Tab. 2. 7: Pertes de masse mesurées lors de l'analyse ATG et teneurs en Ca(OH)₂ et CaCO₃ correspondantes.

L'analyse des thermogrammes fait apparaître 3 pertes de masse distinctes :

- la 1^{ère}, située vers 150°C, correspond au départ de l'eau libre ou de l'eau d'hydrates formés par le contact des laitiers avec l'humidité ambiante. Cette perte est faible pour les laitiers BS2 et BS3 fraîchement broyés, et un peu plus importante dans le cas de BS3 vieilli.
- la 2^{ème}, située vers 400-450°C, correspond à la décomposition de la chaux hydratée. Dans le cas des scories fraîches, cette perte de masse est peu importante, ce fait confirme bien que, dans une première approximation, la teneur en CaO libre déterminée par dosage Leduc est proche de la teneur en oxyde de calcium. Cette perte devient significative pour les échantillons conservés à l'air et elle est d'autant plus importante que la teneur en chaux vive initiale est grande (BS3). Les teneurs en hydroxyde de calcium augmentent de 0,5 à 1,5% pour BS2 et de 2,6 à 11,4% pour BS3.
- la 3^{ème}, située vers 700°C, correspond à la décarbonatation de la calcite. Cette perte est conséquente pour la poudre BS3 vieillie, laitier le plus riche en chaux.

Cette étude montre le caractère évolutif de ces matériaux, qui sont d'autant plus réactifs que leur teneur initiale en chaux est importante. Ces analyses ont été complétées par un dosage de la teneur en CaCO₃ par calcimétrie (Fig. 2. 13), poudres vieilles. Le volume de CO₂ dégagé est quantifié après l'attaque à l'acide chlorhydrique de 0,5g de laitier réduit en poudre.

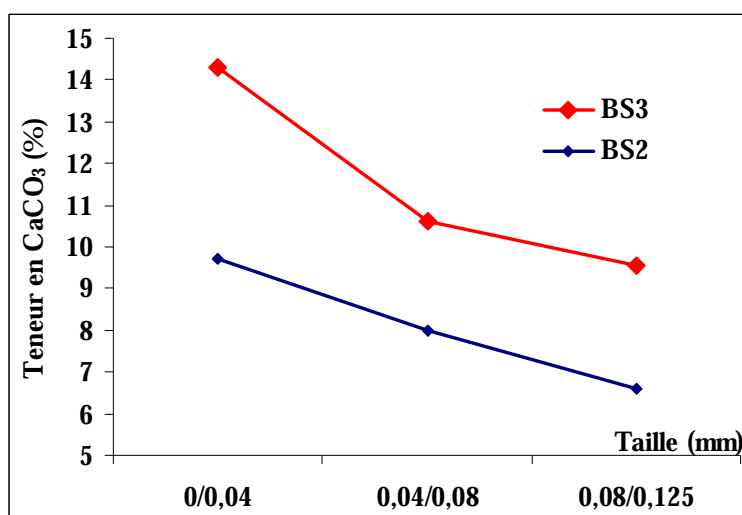


Fig. 2. 13 : Evolution de la teneur en CaCO₃ en fonction de la taille des grains de LAC

On peut constater que la teneur en CaCO₃ est d'autant plus grande que la taille des grains est petite, ce qui montre là encore la plus grande réactivité des matériaux fins.

Par ailleurs, de nombreuses mesures ont été effectuées sur les trois LAC, parallèlement à des essais d'expansion à la vapeur (voir le chapitre 4). La répétabilité obtenue était souvent médiocre, laissant supposer que la teneur en CaO variait au sein même des produits. Toutefois, ces mesures ont été faites sur des échantillons concassés et broyés plus ou moins finement, prélevés sur la fraction fine ou grenue des matériaux, et conservé plus ou moins longtemps avant essai. Dans la fraction fine de ces matériaux, selon leur origine, une partie de la chaux vive a donc pu s'hydrater et/ou se carbonater, modifiant ainsi certaines caractéristiques physiques des LAC, comme observé pour la masse volumique absolue MVA (Tab. 2.8) et dans les essais présentés prochainement.

Des essais spécifiques ont donc été réalisés sur BS2 et BS3 pour apprécier l'importance de ces phénomènes. Seuls les résultats pour BS3 sont présentés ici. Ils ont consisté tout d'abord à mesurer la teneur en chaux Leduc et la teneur en carbonate de calcium (par calcimétrie) sur trois fractions issues du concassage de matériaux compacts de classe 25/31,5. Les classes granulaires retenues sont : 0/40μm, 40/80μm et 80/125μm. Après broyage et tamisage, les produits ont subi une dessiccation sous vide. Les mesures ont été faites à l'issue de cette étape, et après trois jours de conservation à l'air ambiant (20°C). Les résultats sont présentés (Fig. 2.14a) en fonction de la surface spécifique Blaine (cm²/g) mesurée

parallèlement. Il s'agit de teneurs relatives ayant pour référence la teneur en chaux ou en carbonate de calcium¹ à un jour de la classe 80/125 μ m. Ces résultats montrent que :

- la teneur en chaux Leduc et la teneur en CaCO_3 augmentent sensiblement lorsque la surface spécifique augmente. Pour ces essais, il importe donc de broyer finement les produits afin d'améliorer l'accessibilité à la chaux, voire au CaCO_3 qu'ils contiennent²,
- la teneur en chaux Leduc diminue avec le temps, quelle que soit la classe fine considérée, en raison manifestement de la carbonatation des produits.
- la carbonatation a une action plus importante si les produits sont finement broyés.

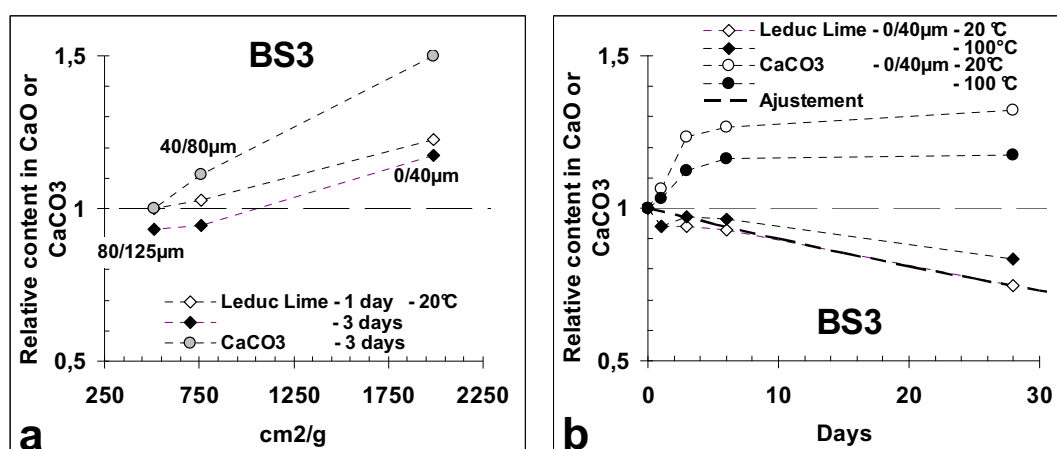


Fig. 2.14: Pour BS3, évolution de la teneur relative en chaux Leduc et de la teneur relative en carbonate de calcium en fonction de la finesse (a) et de l'âge (b) du produit

Dans une seconde série d'expériences, des poudres broyées et tamisées à 40 microns, conservées respectivement sous vide, à l'air à 20°C et à l'air à 100°C, ont été soumises aux mêmes mesures³. Celles-ci ont été réalisées à différentes échéances comprises entre un jour et un mois. Les résultats sont présentés dans la Fig. 2.14b. On constate une nouvelle fois, pour les poudres conservées à l'air, que la teneur relative en chaux Leduc diminue dès les premiers jours, parallèlement à l'augmentation de la teneur relative en CaCO_3 . Cette diminution est plus substantielle encore à 28 jours. On constate aussi que ces évolutions sont accélérées si l'échantillon est conservé à 20°C, en raison vraisemblablement de l'humidité de l'air. CaO s'hydrate en effet plus facilement dans cet environnement, pour donner Ca(OH)_2 qui évolue

¹ La teneur en CaCO_3 a été mesurée sur des échantillons de masses rigoureusement identiques, car il a été constaté, de façon inexplicable, que la quantité de CO_2 dégagée n'était pas proportionnelle à la masse de l'échantillon (comme pour un clinker d'ailleurs)...

² Rien ne garantit cependant que la mesure de la chaux Leduc sur des grains de tailles inférieures à 40 μ m permette d'atteindre la totalité de la chaux libre disponible.

³ Les échantillons conservés à l'air ont été séchés sous vide avant essai

ensuite partiellement en CaCO_3 . La carbonatation directe de CaO à 100°C est moins rapide, même si la température accélère la réaction [DHEILLY, 2002]. En première approximation, la diminution de la teneur relative en chaux libre dans le temps observée sur ces produits (CaO_R) peut être décrite par une loi exponentielle du type (Fig. 2.1b) :

$$\text{CaO}_R = \exp(-k.j) \quad [2.2]$$

avec :

- k un coefficient d'ajustement qui est corrélé à la perte de chaux dans le temps, fonction de la teneur en chaux libre initiale, de la taille des grains, de leur structure, de leur origine, etc.
- j l'âge du LAC

Le broyage de ces produits entraîne donc la carbonatation rapide d'une certaine fraction de la chaux qu'ils contiennent, en particulier si la conservation est faite à l'air ambiant. Pour quantifier la teneur en chaux libre des LAC, il importe par conséquent d'utiliser des poudres fraîchement broyées, tamisées à $40\ \mu\text{m}$, séchées par action du vide (ou à 100°C), sous peine d'une sous-évaluation de la chaux libre accessible.

Ces essais ont montré aussi que ces produits contiennent déjà au départ une teneur non négligeable de carbonate de calcium (dont la présence est détectée par DRX, voir Fig. 2.3). Sur poudre, cette teneur augmente ensuite dans des proportions qui peuvent paraître excessives, par comparaison à l'évolution de la chaux Leduc. En fait, la carbonatation entraîne à la fois une augmentation de la masse du produit, par capture du CO_2 , et de son volume (réactions expansives), dans des proportions différentes qui montrent, par quantification à partir des propriétés des phases⁴, que le carbonate de calcium apparu provient bien de la carbonatation de la chaux vive et de la chaux éteinte disparues.

Ces essais confirment une nouvelle fois que ces matériaux, lorsqu'ils sont fins, ont un net caractère évolutif. En opérant selon les précautions énoncées ci-dessus, des valeurs moyennes de teneur en chaux Leduc ont pu être trouvées pour les trois LAC. Les grains prélevés pour les mesures étaient de classe 25/50 en général, tous faciès mélangés. Les valeurs sont indiquées dans le Tab. 2. 3. La teneur en chaux Leduc pour BS1 varie entre 7,5 et

⁴ Rappel : masse molaire $\text{Ca}=40$, $\text{O}=16$, $\text{C}=12$, $\text{H}=1$.

Masse volumique $\text{CaO}=3.35$, $\text{Ca(OH)}_2=2.26$, $\text{CaCO}_3=2.71$.

Rapport massique $\text{CaCO}_3/\text{CaO}=1.78$, $\text{CaCO}_3/\text{Ca(OH)}_2=1.35$, $\text{Ca(OH)}_2/\text{CaO}=1.32$.

Rapport volumique $\text{CaCO}_3/\text{CaO}\approx 2.2$, $\text{CaCO}_3/\text{Ca(OH)}_2\approx 1.1$, $\text{Ca(OH)}_2/\text{CaO}\approx 2$

8,2 (ce LAC est un mélange de différentes coulées). Les valeurs moyennes de 6,7 et 10,2 peuvent être retenues pour BS2 et BS3, respectivement.

Enfin, des mesures sur des LAC de vieille production issues du mélange de coulées indifférenciées, âgés de plus de 5 ans, de faciès compacts, ont montré que la teneur en chaux libre au cœur des grains était encore importante et bien supérieure à celle mesurée sur la pellicule périphérique aux grains (Tab. 2. 4). On peut supposer alors que les grains poreux de faible masse volumique, qui présentent une plus grande surface spécifique interne, voient leur teneur moyenne en chaux libre (et leur propriétés physiques associées) diminuer plus rapidement dans le temps, comparativement à celle des grains plus compacts. Cette assertion vaut aussi pour les fractions fines, qui ont une bien plus grande surface spécifique que les fractions plus grossières, d'où l'intérêt d'un concassage fin pour accélérer le vieillissement.

2.4 Teneur en magnésie libre

L'oxyde de magnésium (MgO) possède une évolutivité plus importante encore que celle de CaO. Toutefois, pour les trois LAC, cet élément n'apparaît pas dans l'analyse minéralogique (Fig. 2. 6), bien que l'analyse chimique (Tab. 2. 1 et Tab. 2. 2) en révèle la présence.

Le dosage a été toutefois réalisé selon le mode opératoire suivant : la chaux et la magnésie sont extraites du laitier broyé sous forme de poudre, par une solution d'éthanediol, sous agitation, à 70°C pendant 30 minutes. La teneur en ions ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$) est déterminée par titrage complexométrique, par de l'EDTA en présence de noir eriochrome T (NET) comme indicateur coloré. La même extraction est réalisée sur un autre échantillon de poudre puis le filtrat est dosé par de l'EDTA en présence de calcon comme indicateur coloré. Le virage de l'indicateur apparaît lorsque tous les ions calcium ont été complexés. La différence de la teneur trouvée par les deux méthodes permet de déterminer la teneur en magnésie libre dans les laitiers. La teneur obtenue est insignifiante pour les trois LAC, confirmant ainsi l'association vraisemblable de cet élément à Fe_{1-x}O .

2.5 Propriétés physiques

2.5.1 Masse volumique absolue (MVA)

Selon la norme NF EN 1096-7 [EN 1096-7]: la masse volumique absolue est le rapport de la masse sèche d'un matériau granulaire rapportée à l'unité de matière solide seule.

2.5.1.1 Mode opératoire

La masse volumique absolue MVA des trois LAC et celle du LHF ont été mesurées au pycnomètre en présence de white spirit, sur des poudres finement broyées ($< 40 \mu\text{m}$), séchées sous vide et issues de mélanges représentatifs des différents faciès de grains. La mesure comporte les étapes suivantes :

Etape 1 : Détermination de la masse sèche :

- mesure de la masse du pycnomètre vide : $m_{\text{pyn.vide}}$
- mesure de la masse du pycnomètre avec le laitier : $m_{\text{pyn.vide.laitiers}}$
 $\rightarrow m_{\text{laitiers}} = m_{\text{pyn.vide.laitiers}} - m_{\text{pyn.vide}}$

Etape 2 : Détermination du volume des laitiers :

- le pycnomètre contenant les laitiers est rempli par du white spirit. L'air piégé dans la solution et dans le laitier est éliminé en plaçant le pycnomètre dans une cloche à vide, sous agitation magnétique pendant une heure.
- après élimination des bulles d'air, le pycnomètre est placé dans une salle de température contrôlée ($20 \pm 1^\circ\text{C}$) au minimum pendant 2 heures afin que les particules de LAC décantent.
- le pycnomètre est complété avec du white spirit puis pesé sur une balance de précision: $m_{\text{pyn.laitiers.ws}}$
- le pycnomètre rempli uniquement de white spirit désaéré est ensuite pesé : $m_{\text{pyn.ws}}$

La masse volumique absolue des LAC est donnée par les formules suivantes :

$\rightarrow$ Le volume du laitier :

$$V_{\text{laitier}} = \frac{m_{\text{laitier}} - (m_{\text{pyn.laitier.ws}} - m_{\text{pyn.ws}})}{\rho_{\text{ws}}} \quad [2.3]$$

$\rightarrow$ Masse volumique absolue des LAC

$$MVA = \frac{m_{\text{laitier}}}{V_{\text{laitier}}} \quad [2.4]$$

2.5.1.2 Résultats

Les résultats sont donnés dans le Tab. 2. 8 (voir exemple de calcul en annexe A3). Les valeurs élevées s'expliquent par la présence non négligeable d'oxyde de fer (voir composition chimique obtenue par fluorescence X, Tab. 2.1). La mesure a été reconduite sur les mêmes

poudres conservées à l'air durant plusieurs semaines. Les résultats complètent le Tab. 2. 8 (fourchette de valeurs). Ils montrent que la MVA diminue de façon substantielle, indiquant ainsi une certaine évolutivité physique et minéralogique du matériau due à l'hydratation/carbonatation de certains composés, tels la chaux, la magnésie, les silicates de calcium, etc., de densités plus faibles lorsqu'ils sont hydratés/carbonatés. Ces mesures montrent encore le caractère évolutif de ces laitiers, comme l'ont montré les analyses précédentes, pour lesquels il est donc recommandé de réaliser la mesure de la MVA sur des poudres fraîchement broyées. La mesure pour les LHF (utilisés ultérieurement) complète le Tab. 2. 8.

Mesure sur poudre	BS1	BS2	BS3	LHF
après broyage (kg/m^3)	3670	3770	3784	2941
après conservation à l'air durant plusieurs semaines (fourchette de valeurs) (kg/m^3)	2745 à 3558		-	

Tab. 2. 8 : Masse volumique absolue (MVA) des LAC et du LHF étudiés (fraction broyée <40 μm)

2.5.2 Masse volumique réelle (MVR)

La masse volumique réelle est la masse sèche d'un matériau granulaire rapportée à l'unité de volume de matière solide y compris le volume des vides contenus dans les grains (pores fermés et ceux accessibles à l'eau).

Comme il a déjà été mentionné, les LAC se présentent sous différentes formes : certains sont denses, d'autres très caverneux. Ainsi les masses volumiques mesurées présenteront une importante variabilité en fonction du type de granulat utilisé et il sera ainsi difficile d'avoir une valeur fiable et représentative de la masse volumique réelle MVR de ces matériaux. Pour résoudre ce problème, la surface des granulats de LAC a été enveloppée par une couche de paraffine (liquide non mouillant), qui interdit à l'eau d'entrer dans les pores. La masse volumique réelle apparente a été mesurée sur des grains individuels de LAC suivant le mode opératoire décrit ci-dessous.

2.5.2.1 Mode opératoire

Compte tenu de la structure alvéolaire de certains grains, la technique de la paraffine a été employée. La méthode consiste à enrober chaque grain préalablement séché en le plongeant par étapes dans de la paraffine liquide qui se fige à son contact, jusqu'à le recouvrir entièrement d'une pellicule étanche. Comme le liquide est non mouillant, l'enveloppe formée

épouse fidèlement le volume réel du grain, sans pénétrer dans les pores ouverts. Le mode opératoire comprend donc les étapes suivantes :

Etape 1 : Mesure de la masse du grain sec sans paraffine : M_s

Etape 2 : Mesure de la masse dans l'air du grain enveloppé par de la paraffine : M_{sp}

Etape 3 : Mesure de la masse dans l'eau du grain enveloppé par de la paraffine : M'_{sp}

→ La masse de paraffine peut ainsi être calculée : $m_{para} = M_{sp} - M_s$

Etape 4 : Calcul du volume de paraffine : $V_{para} = m_{para}/\rho_p$

(ρ_p a été déterminé expérimentalement et est égale à 0,86 g/cm³)

Etape 6 : Mesure du volume total : $V_{total} = M_{sp} - M'_{sp}/\rho_w$

Etape 7 : Mesure du volume d'échantillon : $V_e = V_{total} - V_{para}$

→ La masse volumique réelle du grain, en g/cm³, est donnée par la relation suivante :

$$MVR = \frac{M_s}{V_e} = \frac{M_s}{\frac{M_{sp} - M'_{sp}}{\rho_w} - \frac{M_{sp} - M_s}{\rho_p}} \quad [2.5]$$

(ρ_w et ρ_p sont les masses volumiques de l'eau et de la paraffine, respectivement).

La Fig. 2. 7 présente le schéma expérimental pour déterminer la masse volumique réelle d'un grain de LAC selon la méthode de la paraffine et la Fig. 2.16 présente une photo des grains enveloppés par de la paraffine.

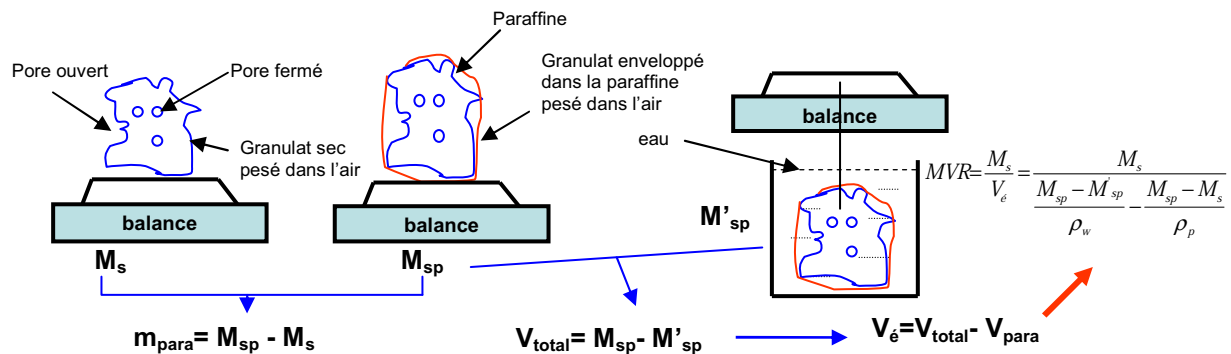


Fig. 2. 7: Détermination de la masse volumique réelle apparente d'un grain individuel de LAC, mesurée par la méthode « paraffine »



Fig. 2. 16: grains de LAC enveloppés par la paraffine et numérotés pour mesurer la MVR

2.5.2.2 *Echantillons*

Les mesures ont été faites sur des tranches granulaires élémentaires obtenues après quartage et tamisage d'un échantillon représentatif de chaque LAC. Pour BS1, trois classes ont été choisies – 10/12,5 ; 25/31,5 ; 50/63 – avec un effectif n de 1020, 285 et 188 grains, respectivement. Pour BS2 et BS3, seule la classe 25/31,5 a été retenue, avec un effectif n de 120 grains pour chacune. Tous les grains ont été numérotés. 1733 grains ont ainsi été traités. A titre d'exemples, les Fig. 2. 11 et 2.12 présentent ces essais sur la fraction 10/12,5.



Fig. 2. 8: Pesée des 1020 grains BS1 (fraction 10/12,5)



Fig. 2. 98: Numérotation des 1020 grains BS1 (fraction 10/12,5/

Echantillon	Fraction	Nombre de granulats
BS1	10/12,5	1020
	25/31,5	285
	50/63	188
BS2	25/31,5	120
BS3	25/31,5	120

Tab. 2. 9 : Nombre de grains de LAC traités pour la masse volumique apparente réelle (MVR)

2.5.2.3 Résultats

Les résultats numériques de tous les essais sont donnés en annexe A4 et leur traitement statistique est présenté Fig. 2. 10. On constate que la MVR des grains varie entre 2500 et 3600 kg/m³, selon une distribution gaussienne et de façon assez similaire quelles que soient la taille des grains et l'origine des produits. Le Tab. 2. 10 donne les valeurs numériques associées à l'étude statistique.

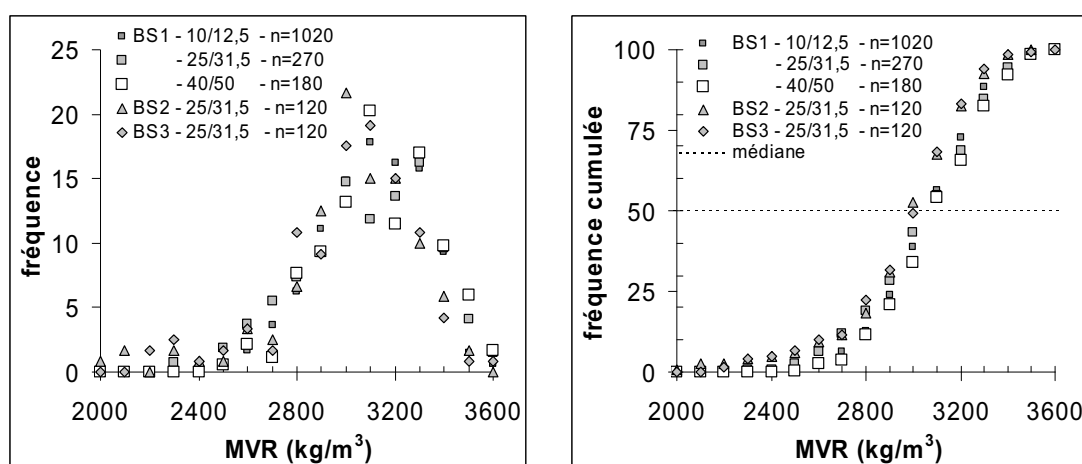


Fig. 2. 10 : Répartition de la masse volumique réelle MVR des grains des différents LAC.

La MVR moyenne des trois matériaux est de 3157, 3071 et 3069 kg/m³, pour BS1, BS2 et BS3 respectivement. Ces valeurs sont sensiblement plus élevées que celles de la majorité des granulats naturels. La porosité intragranulaire (n_{intra}), estimée à partir de MVA et de MVR (rappel : $n_{\text{intra}} = 1 - \text{MVR}/\text{MVA}$), varie par conséquent entre 0,5 à 45% environ, avec une moyenne de 14, 18,6 et 18,8 % pour BS1, BS2 et BS3 respectivement (Tab. 2. 10). La MVR moyenne du LHF, mesurée selon la même technique, est de 2411 kg/m³ et sa porosité moyenne est de 18%, soit une valeur similaire à celle des LAC.

	BS1						BS2		BS3	
	10/12,5		25/31,5		50/63		25/31,5		25/31,5	
	MVR	n_{intra}	MVR	n_{intra}	MVR	n_{intra}	MVR	n_{intra}	MVR	n_{intra}
Moyenne	3149	14,2	3139	14,5	3184	13,2	3071	18,6	3069	18,8
Écart type	217	6,1	243	6,6	223	6,1	274	7,3	266	7
Médiane	3160	13,9	3172	13,6	3172	13,6	3080	18,3	3109	17,7
Maximum	3688	37,4	3652	36,4	3635	30,6	3547	44,8	3651	40,8
Minimum	2298	0,1	2334	0,5	2545	1	2083	0,6	2239	0,3

Tab. 2. 10 : Etude statistique de la masse volumique réelle (MVR, en kg/m³) et de la porosité intragranulaire (n_{intra} en %) des 3 LAC étudiés.

Précisons à ce stade qu'en raison de leur petite taille, l'enrobage à la paraffine des 1020 grains de la classe 10/12,5 (BS1) n'a pu être réalisé. Leur MVR individuelle (MVR_i) a toutefois été estimée à partir de leur masse rapportée au volume de la sphère de diamètre moyen de la classe, soit $(10+12,5)/2=11,25$ mm. La répartition obtenue, elle aussi gaussienne, donne une MVR moyenne de 3169 kg/m^3 , confirmant ainsi la similitude statistique de cette propriété à celle des autres classes. Mais l'étendue est nettement plus grande, en raison principalement des différences de forme - et donc de volume - qui existent au sein d'une classe de grains de même grosseur. L'aplatissement des grains de cette classe est sans doute aussi plus élevé que celui des grains plus gros, comme déjà constaté avec d'autres matériaux concassés [BOUQUETY, 2006]. En première approximation, MVR_i a alors été calculée en tenant compte d'un volume proportionnel à la masse, déduit de l'étendue maximale des MVR observées sur les autres classes, selon la relation :

$$MVR_i = \frac{m_i}{\frac{m_{min}}{MVR_{min}} + \left(\frac{m_{max}}{MVR_{max}} - \frac{m_{min}}{MVR_{min}} \right) \left(\frac{m_i - m_{min}}{m_{max} - m_{min}} \right)} \quad [2.6]$$

Avec :

- m_i la masse du grain i (g)
- m_{min} et m_{max} la masse du grain le plus léger et le plus lourd de la classe (g)
- MVR_{min} et MVR_{max} la masse volumique la plus faible et la plus forte de la classe, extrapolées de celles observées sur les autres classes de LAC (kg/m^3).

La distribution obtenue est très comparable à celle des autres LAC (Fig. 2. 10). Les valeurs numériques complètent le Tab. 2. 10. Elles permettent d'avoir une bonne connaissance des caractéristiques physiques moyennes de ces matériaux et de leur variabilité, paramètres nécessaires à une éventuelle restitution statistique de leurs propriétés. On notera également qu'il n'y a pas, pour les classes granulaires investiguées, une augmentation de la MVR lorsque la taille des grains diminue, ce qui laisse supposer une porosité intragranulaire moyenne quasi-constante à toutes les échelles. D'ailleurs, l'observation à la microsonde de Castaing de sections polies de fillers issus du concassage des différents LAC montre qu'un certain volume poreux subsiste toujours à l'échelle micrométrique (Fig. 2. 6). A défaut de mesures (et de procédé) sur les particules fines, on supposera alors que la MVR et la porosité intragranulaire mesurées représentent les propriétés de ces LAC, quelle que soit la taille de grains.

2.5.3 Surface spécifique

2.5.3.1 Principe

La surface spécifique du laitier est mesurée par la méthode du perméabilimètre de Blaine, selon la norme NF P 15-442 [NF, 1967]. Le principe est de déterminer le temps que met un volume d'air constant, sous une pression déterminée et à une température connue, à traverser une couche de laitier tassé dans des conditions définies. Pour cette étude, la mesure a été réalisée à porosité constante ($e=0,5$).

2.5.3.2 Mode opératoire

Le laitier, de masse volumique connue (Tab. 2.8), est finement broyé, pesé et introduit dans la cellule de mesure. La poudre est ensuite tassée au moyen du piston.

La surface spécifique est déterminée par la formule suivante :

$$S = K \frac{\sqrt{e^3} \sqrt{t}}{\rho \cdot (1 - e) \cdot \sqrt{\eta}} \quad [2.7]$$

Dans laquelle :

- S = surface spécifique (cm^2/g)
- K = constante de l'appareil
- e = porosité de la couche tassée
- t = temps mesuré en secondes
- ρ = masse volumique du laitier (g/cm^3)
- η = viscosité de l'air à la température d'essai (en poises)

2.5.3.3 Résultats

Les laitiers BS2 et BS3 ont été broyés puis séchés sous vide. Trois fractions granulaires ont été préparées (0/0,04 ; 0,04/0,08 et 0,08/0,125 mm) afin de pouvoir suivre l'évolution de la valeur de la surface spécifique en fonction de la taille des grains, puis de corrélérer cette propriétés aux mesures de teneur en chaux libre (voir §.2.3.4.1)

Les résultats sont présentés sur la Fig. 2. . Les tranches granulaires les plus grosses montrent une surface spécifique réduite, ce qui est cohérent puisque la surface spécifique d'un matériau est fonction de sa granulométrie. La surface spécifique atteint environ $600 \text{ cm}^2/\text{g}$ pour la fraction 0,08/0,125 mm ; elle est de l'ordre de $1900 \text{ cm}^2/\text{g}$ pour la fraction 0/0,04 mm.

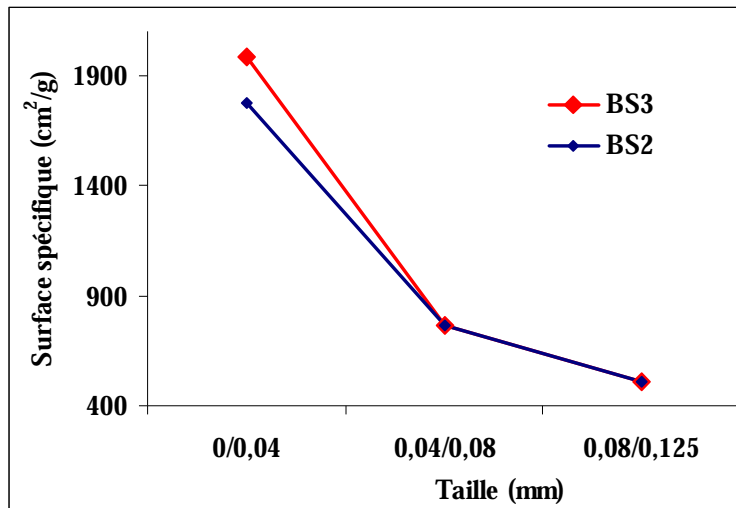


Fig. 2. 20 : Evolution de la surface spécifique en fonction de la taille des grains de LAC

2.5.4 Compacité d'empilement granulaire

2.5.4.1 Matériel

Les mesures de la compacité Φ de l'empilement granulaire ont été réalisées sur différentes tranches, selon le procédé associé au Modèle d'Empilement Compressible (MEC) [DE LARRARD, 1999, DE LARRARD, 2003]. Il s'agit d'une mesure de masse volumique en vrac dans un cylindre métallique en vibration, sous une contrainte de 10 KPa exercée par un piston métallique (Fig. 2.). L'indice de serrage associé est $K=9$.

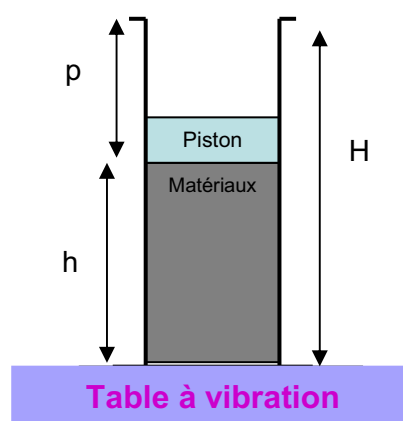


Fig. 2. 21: Piston et table vibrante pour la mesure de la compacité confinée

Caractéristiques des cylindres : (celui à grand diamètre pour les fractions granulaires les plus grandes et celui à petit diamètre pour des fractions granulaires les plus petites)

Petit cylindre			Grand cylindre		
Hauteur	50	cm	Hauteur	50	cm
Diamètre	8,24	cm	Diamètre	14,78	cm
Volume	2666,33	cm ³	Volume	8683,20	cm ³
h'	37,3	cm	h'	37,15	cm

* h' : hauteur du bord de cylindre à la tête du piston lorsque le piston se trouve au fond du cylindre.

Tab2. 11 : Caractéristiques du cylindre pour la mesure de la compacité

2.5.4.2 Mode opératoire

Etape 1 : Peser la masse sèche de l'échantillon

Etape 2 : Déposer l'échantillon dans le cylindre, puis le piston. Vibrer pendant plusieurs minutes.

Etape 3 : Mesurer les 4 profondeurs p diamétralement opposées deux à deux

Etape 4 : Calculer la moyenne de ces 4 hauteurs : $p_{\text{moy. mesurée}}$

→ Hauteur de l'échantillon : $h = H - p_{\text{moy. mesurée}}$

La compacité Φ de l'empilement est donnée par la relation :

$$\Phi = \frac{1000 \frac{M_s}{0,25 \cdot \pi \cdot D^2 \cdot h}}{MVR} \quad [2.8]$$

avec :

- M_s la masse de l'échantillon soumis à l'essai (g)
- D le diamètre du cylindre (cm)
- h la hauteur de l'échantillon (cm)
- MVR la masse volumique réelle moyenne du matériau (kg/m³)

Les algorithmes du MEC permettent alors de calculer la compacité virtuelle β_i des n tranches élémentaires du granulat (i.e. la compacité maximale de l'empilement monodisperse de chaque tranche) à partir de la proportion y_i de cette tranche dans le mélange et de la compacité Φ du mélange selon la relation :

$$K = \sum_{i=1}^n \frac{y_i / \beta_i}{\frac{1}{\Phi} - \frac{1}{\gamma_i}} \quad [2.9]$$

avec :

- γ_i : la compacité virtuelle du mélange lorsque la classe i est considérée dominante [DE LARRARD, 1999]
- K : l'indice de serrage égal à 9. L'effet de paroi du récipient et du piston est pris en compte dans le calcul de Φ .

2.5.4.3 Résultats

On admet en général que β_i est uniforme au sein d'un granulat (sable 0/6, gravillon 6/20, par exemple), bien que cette mesure révèle parfois des structures granulaires particulières [LECOMTE, 2001]. Dans le cas présent, pour les trois LAC, les mesures de Φ ont été faites sur diverses fractions granulaires fraîchement concassées, comprises entre 0,1 et 25mm et constituées de trois à quatre tranches élémentaires consécutives. Le Tab.2. 12 présente la granularité, les valeurs de compacité Φ et les compacités virtuelles β_i associées. On constate (Fig. 2.) que, pour les différents LAC, β_i augmente assez régulièrement avec la taille d_i , (par convention, d_i est la taille des grains qui se trouve entre deux tamis consécutifs i et $i+1$) selon la même loi semi-logarithmique d'équation :

$$\beta_i = 0.664 + 0.02 \text{Log}(d_i) \quad [2.10]$$

Cette relation a donc été retenue pour caractériser la compacité virtuelle β_i de chaque classe élémentaire d_i des trois LAC. Il importe également de noter ici que cette mesure a révélé le caractère particulièrement frottant de ces matériaux. En effet, le serrage et la stabilisation du volume granulaire dans le cylindre de mesure n'ont été obtenus qu'après un temps de vibration prolongé. Un piquage en cours de vibration de l'empilement, avant l'application du piston, a permis aussi de favoriser les déplacements internes au sein de l'échantillon.

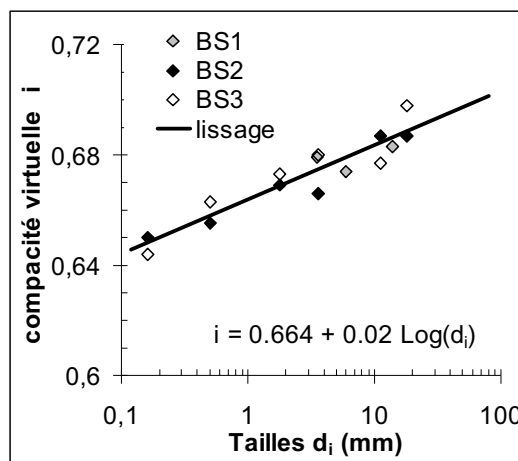


Fig. 2. 22: Évolution de la compacité virtuelle élémentaire β_i des différents LAC en fonction de la taille d_i .

	BS1			BS2						BS3						LHF	
Tamis	3.15/4	4/8	8/20	0.1/0.25	0.315/0.63	1/2.5	3.15/4	10/12.5	16/20	0.1/0.25	0.4/0.63	1/2.5	3.15/4	10/12.5	16/20	0/6	6/20
0,08																0	0
0,1				0						0						1,8	0,5
0,125				13,8						23,1						4,	1
0,16				45,5						56,9						6,2	1,3
0,2				62,9						67,3						8,3	1,6
0,25				100						100						10,2	2
0,315					0											12,9	2,2
0,4					22,0						0					15,7	2,4
0,5					44,9						30,8					18,5	2,6
0,63					70,9						64,3					21,9	2,7
0,8					100						100					26,3	2,9
1						0						0				31,9	3
1,25						15,3						14,1				36,4	3,2
1,6						40,8						40,8				43,1	3,3
2						69,7						69,7				50,4	3,5
2,5						100						100				59,8	3,6
3,15	0						0						0			72,1	3,7
4	100	0					100						100			84	3,9
5		30,2														91,1	5
6,3		65,6														98,9	6,9
8		100	0													99,3	13
10			24,5					0						0		99,8	22,5
12,5			49,1					100						100		100	45
16			76,2						0						0		70
20			100						100						100		95,6
25																	100
Φ	0,600	0,628	0,621	0,627	0,632	0,636	0,604	0,601	0,568	0,624	0,623	0,641	0,601	0,59	0,596	0,830	0,702
β_i	0,679	0,674	0,683	0,650	0,655	0,669	0,666	0,687	0,687	0,644	0,663	0,673	0,680	0,677	0,698	0,734	0,734

Tab.2. 12 : Granularité et compacité réelle Φ des fractions granulaires utilisées pour mesurer les compacités virtuelles élémentaires β_i des matériaux.

Pour le LHF, la mesure a été réalisée sur le 0/6 et le 6/20 débarrassés par lavage de leur fraction fine respective. Pour mémoire, le 0/6 contient en moyenne 10,4 % d'éléments <80 μ m et le 6/20 1,8%. Les compacités virtuelles β_i sont plus élevées que pour les LAC, et elles se révèlent être uniformes pour ce matériau :

$$\beta_i = 0.734 \quad [2.11]$$

Pour ces deux types de matériaux, les compacités virtuelles des fractions fines (< 80 μ m) ont été déclarées égales à celles des fractions supérieures (relations 2.10 et 2.11), à défaut d'une mesure de compacité faite selon une technique de pâte lisse [LECOMTE, 2009].

Les valeurs de β_i sont présentées dans le Tab. 2.12.

2.6 Conclusions

Plusieurs échantillons de LAC de diverses origines, de différentes fractions granulaires et de faciès variés ont été étudiés. Ces matériaux sont majoritairement constitués de CaO, Fe₂O₃ et SiO₂. Les oxydes MnO, MgO, Al₂O₃ et P₂O₅ sont présents en plus faible quantité.

Les LAC sont bien cristallisés, comme le montrent les diffractogrammes de rayons X, et les principales phases sont le silicate bicalcique C₂S sous la forme β, le ferrite de calcium C₂F, l'oxyde de fer Fe_{1-x}O ; les composés CaO, Ca(OH)₂ et CaCO₃ sont présents en plus faible quantité. L'analyse à la microsonde de Castaing a permis de mettre en évidence la forte imbrication des phases les unes dans les autres. Celles-ci ne sont pas pures. En particulier, la phase C₂F contient de l'aluminium et l'oxyde de fer Fe_{1-x}O est en solution solide avec du MnO et MgO. La chaux libre apparaît parfois sous forme de grains micrométriques, confinés au sein des autres phases.

Les mesures ont permis également de confirmer la difficulté de caractériser les propriétés physico-chimiques des LAC, en raison principalement du broyage fin nécessaire aux analyses, qui place au contact de l'air ambiant les éléments instables de ces matériaux. La chaux vive et éteinte, les silicates de calcium, etc. qu'ils contiennent s'hydratent et se carbonatent alors rapidement, et font évoluer significativement les propriétés tant chimiques que physiques de ces matériaux.

Du point de vue des caractéristiques géotechniques, les LAC présentent une qualité comparable aux granulats naturels en termes de construction routière.

La quantification précise de la teneur en CaO libre pose plusieurs problèmes en raison d'une part, de l'existence de différentes formes de cette chaux (grains fins disséminés dans le matériau, micro-inclusions dans les phases silicatées et/ou ferreuses) et, d'autre part, de l'évolution naturelle de cette chaux sous l'effet de l'hydratation et carbonatation au cours du temps.

En raison de la structure alvéolaire de ces matériaux, la méthode à la « paraffine » a été employée pour déterminer leur masse volumique réelle. Statistiquement, la masse volumique réelle moyenne du LAC (fraîche production) est de l'ordre de 3,1 g/cm³, quelle que soit la taille des grains.

La compacité joue un rôle important dans la stabilité d'un empilement comprenant des granulats « gonflant » comme le LAC. La caractérisation de cette propriété physique est nécessaire. Plusieurs coupures granulaires fraîchement concassées de diverses origines ont été utilisées pour cette étude, qui montre que les compacités virtuelles β_i associées à la compacité

réelle augmentent assez régulièrement avec la taille d_i , (par convention, d_i est la taille des grains qui se trouve entre deux tamis consécutifs i et $i+1$).

Avant d'envisager l'utilisation de ces laitiers dans le domaine de la construction routière, il est nécessaire d'avoir une bonne maîtrise de la teneur en chaux libre, soit par abaissement à un niveau admissible par vieillissement ou traitement chimique, soit en dépit de la quantité de chaux au sein des grains de LAC, créer une structure granulaire pouvant accueillir l'expansion volumique provoquée par cette chaux. Cette idée entraîne donc une étude quantifiée de l'évolution volumique d'un LAC qui est abordée dans le chapitre 3.

**Chapitre 3 : Etude et modélisation de la
dégradation des LAC en milieu aqueux**

3.1 Problématiques et démarche de l'étude

Le laitier LWS est encore peu valorisé dans le domaine du génie civil, en raison de l'instabilité volumique de ce matériau due à la présence non négligeable de chaux libre. Rappelons que l'hydratation de la chaux vive, et sa carbonatation, provoquent des expansions volumiques d'un facteur 2 et 2,2 respectivement. Au sein des LAC, lorsque cette chaux s'hydrate progressivement, ces expansions provoquent des tensions internes qui conduisent à des ruptures et à la dégradation plus ou moins poussée du matériau. Les conséquences de ces phénomènes sont bien connues pour les mélanges granulaires [DE SILVEIRA, 2005], mais elles n'ont pas été quantifiées, à notre connaissance, à l'échelle du grain. Il importe en effet de mieux connaître le comportement physique, le mode et la cinétique de dégradation des grains dans le temps, en fonction notamment de leur taille, de leur porosité et de leur teneur en chaux libre. L'enregistrement des dégradations observées sur les trois LAC à disposition doit alors permettre de construire un modèle ajusté à ces paramètres, afin de prévoir si possible les désordres pouvant apparaître à une échéance et dans un environnement donnés.

Ce chapitre est présenté en deux parties complémentaires :

- la première porte sur l'étude du délitement des grains de LAC dans un autoclave ($T = 127^{\circ}\text{C}$ ou 400°K et $P = 0,15\text{MPa}$). Cette partie a pour but d'étudier l'accélération de la dégradation du laitier par activation avec la température.

- la seconde est une étude paramétrée de la dégradation des grains de LAC. Une série de granulats de LAC représentatifs de différentes tailles et ayant des faciès variés, allant de compacts à alvéolaire (large étendue de MVR) sont placés en milieu aqueux à différentes températures (40, 60, 80, 100°C). Des mesures complémentaires ont été réalisées aussi avec un gravillon calcaire de différentes granulométries transformé en chaux vive par calcination à 1000°C (~97% de CaO). Cette étude a pour objectif de paramétrer les facteurs tels que le temps, la température, la taille, la teneur en CaO libre et la structure (MVR) des grains de LAC pour le mode et modèle de dégradation de ce matériau au travers la notion de taux de dégradation (D_R).

Les données issues de ce chapitre seront utilisées par la suite dans l'objectif de prédire l'expansion volumique d'un mélange granulaire comportant des LAC.

3.2 Etude du délitement des grains de LAC dans un autoclave

L'observation du délitement des grains de LAC à l'air ambiant est longue et délicate. Cette étude a pour objectif d'estimer l'influence de la température sur la dégradation des grains lorsqu'ils sont soumis à une atmosphère humide et d'observer leur comportement en fonction de la taille et des faciès en présence d'eau, à température élevée.

3.2.1 Matériaux et mode opératoire

Pour cette étude, le choix de matériau s'est porté sur l'échantillon BS1, laitier le plus représentatif car issu de plusieurs coulées d'acier. 28 grains de coupure 31,5 /40 et 13 grains de coupure 50/63 ont été choisis de manière à représenter les faciès allant de compacts à alvéolaires, et à couvrir l'étendue des masses volumiques réelles (MVR).

Le mode opératoire mis en œuvre est détaillé ci-dessous, il diffère selon la tranche granulaire étudiée.

Pour la fraction 31,5/40 (28 grains) :

- Chaque grain séché est numéroté et sa MVR est mesurée par la méthode de la paraffine
- La paraffine a ensuite été éliminée en plongeant chaque grain quelques secondes dans de l'eau en ébullition,
- Ils sont alors placés dans l'autoclave pendant environ 120 heures
- La dégradation des grains est suivie à intervalle régulier par photographies

- Une analyse granulométrique est ensuite réalisée après l'essai

Pour la fraction 50/63 (13 grains) :

- Chaque grain est séché jusqu'à masse constante, numéroté, et sa MVR est mesurée par la méthode de la paraffine
- La paraffine est ensuite éliminée en plongeant chaque grain quelques secondes dans de l'eau en ébullition,
- Ils sont ensuite placés dans l'autoclave pendant 120 heures
- A l'issue de l'essai, les grains ont été séchés jusqu'à masse constante et la masse volumique réelle des grains restés intacts est de nouveau mesurée selon la technique de la paraffine
- Après l'essai, une analyse granulométrique de l'ensemble des matériaux est ensuite réalisée.

3.2.2 Résultats

3.2.2.1 *Suivi photographique de la dégradation des grains (fraction 31,5/40)*

Avant le début de l'essai, l'état initial des grains a été pris en photo. A intervalles fixés de 4, 9, 24, 48, 72, 96 et 120 heures, l'autoclave est arrêté et la pression libérée, de façon à pouvoir retirer le panier, photographier l'échantillon et observer les dégradations (Fig 3. 1).

L'observation des photographies prises aux différents intervalles de temps met en évidence que les dégradations sont présentes dès la première ouverture de l'autoclave, soit 4 heures, et qu'elles n'évoluent plus réellement après 24 heures. Ces images donnent un premier aperçu du mode de dégradation du LAC : certains grains ont totalement disparu (pulvérisation de la matière qui se retrouve dans le fond de la cuve- cercle bleu), d'autres sont fragmentés (cercles rouges), d'autres ne subissent aucun désordre apparent.

Ces premières observations confirment l'intérêt de recourir à des essais en milieu aqueux chaud pour accélérer la dégradation des grains de LAC.

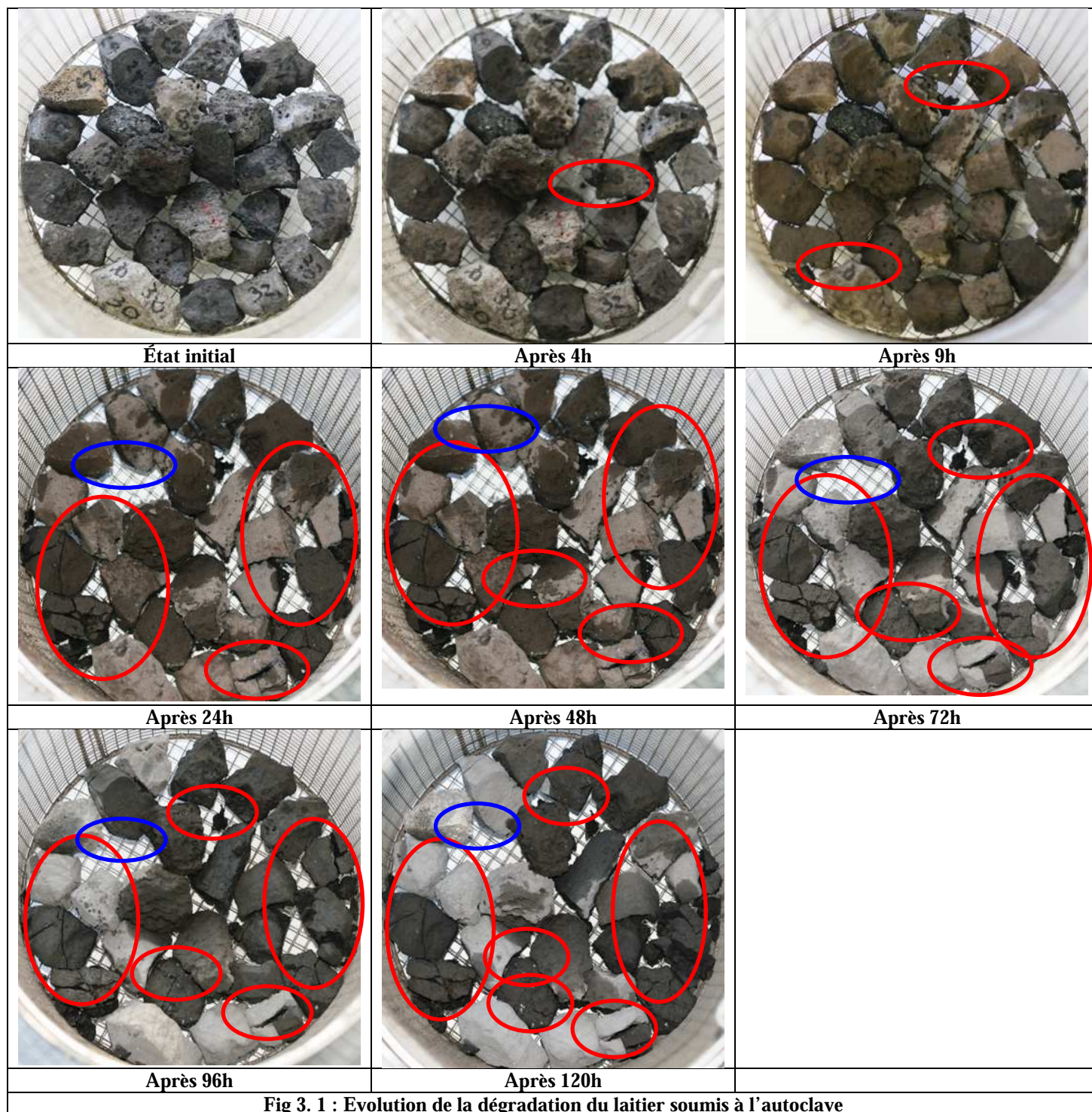


Fig 3. 1 : Evolution de la dégradation du laitier soumis à l'autoclave

3.2.2.2 Masse volumique réelle et courbe granulométrique

Pour la fraction 50/63, comme précédemment, après essai, certains grains se sont délités et d'autres sont restés « intacts ». Les masses et masses volumiques réelles de ces derniers (6 au total) ont été de nouveau mesurées et les valeurs ont été comparées à celles obtenues avant l'essai (Tab. 3. 1)

N°	m (g)	MVR (g/cm ³)	m' (g)	MVR' (g/cm ³)	Δm (%)	ΔMVR (%)
1	95,32	2,78				
2	171,26	3,09	171,49	3,16	0,13	2,05
3	79,65	2,85				
4	221,64	2,87				
5	89,91	2,72	90,22	2,72	0,34	0
12	124,03	3,12	124,35	3,18	0,26	1,84
14	112,93	3,13	113,11	3,20	0,16	2,29
18	185,4	3,11	185,65	3,16	0,13	1,72
22	153,28	3,30				
24	178,48	3,25				
25	256,67	3,38				
27	178,8	3,04	179,15	3,08	0,20	1,28
28	239,83	3,14				

Tab. 3. 1: Évolution de la masse et de la MVR des grains de 50/63 de BS1 avant et après passage à l'autoclave

Dans ce tableau :

- m, m' sont les masses sèches des grains avant et après passage à l'autoclave (g)
- MVR, MVR' les masses volumiques réelles des grains mesurées par la méthode de la paraffine avant et après passage à l'autoclave.
- Δm, ΔMVR, l'augmentation de la masse et de MVR des grains (%)

Certains grains (numérotés en gras dans le tableau) se sont pulvérisés et ne peuvent donc pas être identifiés après l'essai. Pour les grains « intacts », on constate que la masse et la masse volumique réelle augmentent sensiblement. La prise de masse peut s'expliquer par l'hydratation de la chaux vive CaO en chaux éteinte Ca(OH)₂ dans les grains, par contre on devrait alors observer une baisse de la masse volumique réelle, cette réaction étant expansive. On peut donc supposer ici qu'une partie de la chaux s'est hydratée mais l'expansion volumique engendrée par cette hydratation a été compensée au sein même des grains.

Pour la fraction 31,5/40, après passage dans l'autoclave, un dixième des grains a été pulvérisé, un tiers fragmenté et plus de la moitié est restée « intact ». Il n'y a pas de réelle corrélation entre la dégradation et la MVR des grains (Tab3. 2).

L'analyse granulométrique du LAC BS1 31,5/40 et 50/63 après passage à l'autoclave (Fig 3. 1) confirme qu'approximativement la moitié des grains ont été dégradés, en produisant une quantité non négligeable d'éléments fins inférieurs à 1 mm (grains pulvérisés).

N°	m (g)	MVR (g/cm ³)
5	37,44	2,77
8	79,60	2,46
17	72,74	3,08
24	121,29	3,36
28	99,88	3,44
29	86,91	3,21
31	94,14	3,45
32	86,01	3,37
36	121,43	3,48
37	50,13	3,38

Tab3. 2 : Masses et MVR des grains non dégradés de 31,5/40 de BS1 placés en milieu aqueux à haute température

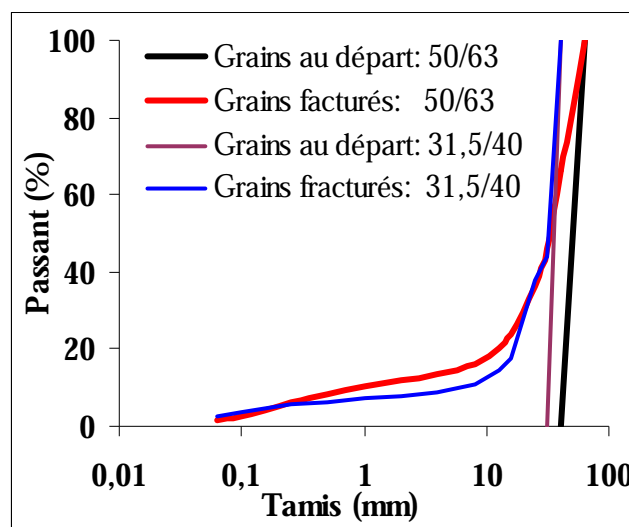


Fig. 3. 2 : Courbes granulométriques du LAC BS1 « fraîche production » avant et après passage à l'autoclave

3.2.3 Conclusion

La première étape de cette étude portant sur le délitement des grains de LAC placés dans un autoclave montre que l'on peut accélérer le phénomène de dégradation en milieu aqueux grâce à la température. On retrouve ici le principe d'Arrhenius selon lequel la température contrôle la réaction entre la chaux vive, piégée ici dans les grains, et l'eau.

L'observation chronologique des photos des grains, les mesures de la MVR et les analyses granulométriques ont apporté des informations sur le mode de dégradation de ce matériau : soit il est fragmenté, soit il est pulvérisé, soit il reste « intact ». Compte tenu du faible effectif de grains testés, il n'est pas judicieux de vouloir établir des corrélations entre la dégradation du matériau et la MVR des grains. Les essais suivants vont permettre d'apporter des réponses en ce sens.

3.3 Evolution de la dégradation des LAC dans le temps, en milieu aqueux

L'étude de la dégradation du laitier en autoclave, décrite précédemment, a été réalisée sur deux coupures granulaires proches et sur un seul de type de laitier, dont la teneur en chaux n'est pas constante (mélange de coulées). Elle n'est donc pas représentative en terme de taille de grains et de teneur en CaO libre. Afin de mieux caractériser la dégradation de ce type de laitiers, des essais ont été réalisés sur différentes fractions granulaires des trois LAC (BS1, BS2 et BS3) placés en milieu aqueux, à plusieurs températures sur plusieurs coupures et couvrant l'étendue des MVR. La température accélère les phénomènes de dégradation ; les mesures ont donc consisté à quantifier dans le temps l'évolution de l'intégrité physique des grains dont la masse ou la masse volumique a été mesurée en amont. Le traitement des résultats permettra alors de calibrer un modèle qui donnera une estimation du pourcentage volumique de grains dégradés dans le temps, en présence d'eau et en fonction de la teneur en chaux libre (paragraphe suivant).

La campagne d'essais a donc été réalisée avec comme variables d'étude :

- la teneur en chaux : les principaux essais ont été réalisés avec BS2 et BS3 ayant respectivement une teneur en chaux modérée (6,7) et plutôt élevée (10,2). Des mesures complémentaires ont été faites sur BS1. D'autres mesures ont été réalisées aussi avec un gravillon calcaire de différentes granulométries transformé en chaux vive par calcination à 1000°C (~97% de CaO).
- la taille des grains : six coupures monogranulaires d/D ont été fabriquées avec les différents LAC. Pour BS1 : 10/12,5 – 25/31,5 – 50/63 ; pour BS2 et BS3 : 0,16/0,2 – 0,8/1 – 3,15/4 – 25/31,5.
- la structure des grains : la masse volumique réelle de chaque grain a été mesurée pour les classes 10/12,5, 25/31,5 et 50/63.
- le temps : les échantillons ont été placés en milieu aqueux à quatre températures différentes (40, 60, 80 et 100 °C), pour accélérer les réactions. Les observations ont été faites pendant 2 mois.

Le paramètre étudié est le taux de dégradation (D_R). Il est défini comme étant le pourcentage volumique cumulé de grains détruits à un moment donné, c'est-à-dire dont la taille a été réduite suite au fractionnement ou à la pulvérisation de sa matière (voir 3.3.2.1). Une brève description des modes opératoires est donnée ci-après. Les mesures et résultats sont présentés ensuite.

3.3.1 Protocoles opératoires

Deux modes opératoires ont été appliqués selon les coupures.

3.3.1.1 *Coupures 0.16/0.2, 0.8/1, 3.15/4*

Ces essais concernent BS2 et BS3. Pour chaque coupure et chaque température, cinq échantillons ont été fabriqués pour obtenir cinq mesures dans le temps, soit 60 échantillons par LAC. Les matériaux frais ont été produits par concassage puis tamisage de grains 25/50 des différents faciès, sélectionnés après quartage rigoureux. La masse par coupure a été fixée à 24, 60 et 140 grammes respectivement. Les échantillons ont été placés dans des récipients en verre immergés dans huit seaux remplis chacun de 12 litres d'eau distillée, fermant hermétiquement (un seau par LAC et par température). Ces seaux ont été placés dans des armoires thermiques régulées aux températures définies précédemment. Les mesures ont été faites à 3, 7, 14, 30 et 70 jours. Elles ont consisté à tamiser l'échantillon d/D sur le tamis d et à calculer le taux de dégradation D_R à partir du refus séché et de la masse volumique réelle moyenne des matériaux.

L'Annexe A5 présente la préparation des échantillons de ces coupures.

3.3.1.2 *Coupures 10/12,5, 25/31,5 et 50/63*

Ces essais concernent les trois LAC. Pour ces coupures, le taux de dégradation D_R a été déduit de l'observation directe de l'intégrité physique des grains. Dans ce but, tous les grains ont été préalablement numérotés, pesés et leur masse volumique individuelle MRV a été mesurée par la méthode de la paraffine, exceptée pour la classe 10/12,5 pour laquelle elle a été estimée selon la méthode décrite dans le chapitre 2 (équation 2.5). La pellicule de paraffine a ensuite été éliminée par immersion courte dans de l'eau en ébullition. Les échantillons soumis aux essais ont été obtenus après quartage rigoureux d'un prélèvement conséquent, de sorte que tous les faciès de grains soient représentés statistiquement. Ces grains ont été placés dans des seaux de 12 litres de contenance, fermant quasi-hermétiquement, à raison de 600 grammes environ par seau. Ces valeurs ont été choisies dans le but de suivre l'évolution de la concentration en chaux dans le bain jusqu'à la saturation éventuelle (partie 3.4). Par ailleurs, pour chaque température, un nombre minimum de 30 grains a été utilisé pour avoir un effectif statistiquement représentatif, soit un total minimum de 120 grains par coupure et par LAC. Notons enfin que le volume d'eau a été régulièrement réajusté pour tenir compte des pertes par évaporation. Dans le détail :

- pour la classe 50/63 (BS1), 30 grains pèsent environ 4000 grammes, ce qui a nécessité l'emploi de 6 seaux par température, à raison de 5 grains par seau (24 seaux au total)
- pour la classe 25/31,5 (BS1, BS2 et BS3) : 30 grains pèsent environ 1200 grammes, ce qui a nécessité l'emploi de 2 seaux par température, à raison de 15 grains par seau (8 seaux au total)
- pour la classe 10/12,5 (BS1) : les 600 grammes de l'échantillon ont été obtenus avec 250 grains environ. Ils ont été placés dans un seul seau pour une température (4 seaux au total).

Tous les grains ont été répartis dans les seaux de façon déterminée, de sorte à ce qu'ils contiennent chacun un effectif quasi-uniforme de grains des différentes MVR, quelles que soient la classe granulaire et la température d'essai. Les essais consistent à identifier les grains dégradés par leurs numérotations puis déduire le pourcentage (massique, volumique) des grains dégradés, il s'agit du taux de dégradation (D_R).

Le détail des travaux expérimentaux est présenté dans les annexes A6 et A7.

3.3.2 Résultats

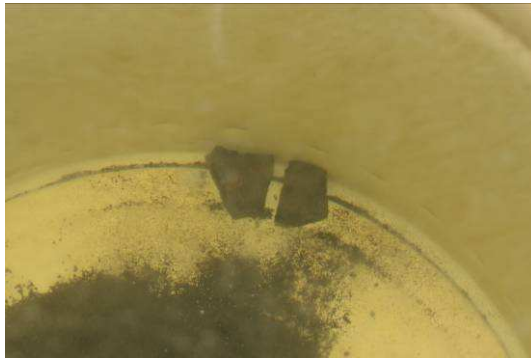
3.3.2.1 Modes de dégradation :

Ces essais ont tout d'abord montré que la dégradation des grains se matérialisait en général par deux modes destructifs distincts, l'un pouvant être assimilé à la fragmentation, l'autre à la pulvérisation de la matière (Fig. 3. 3). L'étude statistique des résultats montre que les grains poreux/caverneux détruits (de faible masse volumique réelle) sont généralement pulvérisés, alors que les plus compacts sont généralement fragmentés (Fig. 3. 4a).

La teneur en chaux libre joue aussi un rôle prépondérant, comme le montre par exemple la Fig. 3. 4a issue des essais à 100°C sur la fraction 25/31,5 de BS2 et BS3 (30 grains par LAC).

En effet, au terme des essais, les grains dégradés de

- BS3 (10,2 % de chaux libre) sont majoritairement pulvérisés, et certains ont une masse volumique supérieure à la moyenne,
- BS2 (6,7 % de chaux libre) ne sont pas majoritairement pulvérisés et ceux qui le sont ont une masse volumique inférieure à la moyenne.

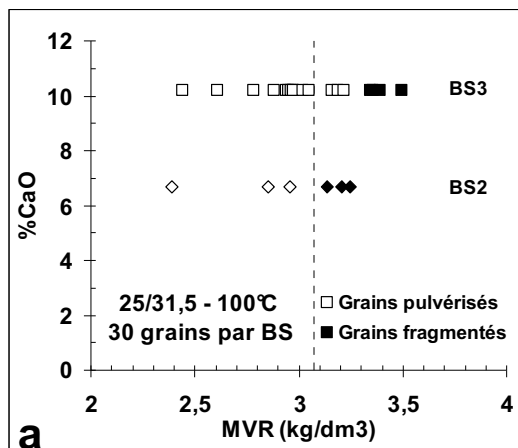


Dégradation par fragmentation des grains (grains généralement compacts)

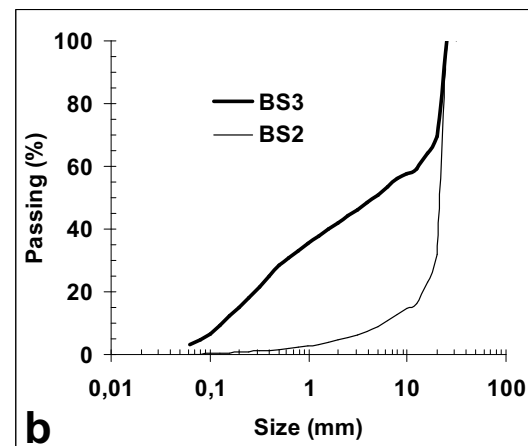


Dégradation par pulvérisation des grains (grains généralement poreux)

Fig. 3. 3: Illustration du mode de dégradation des grains



Mode de dégradation des grains dégradés en fonction de leur MVR et de la teneur en chaux Leduc.



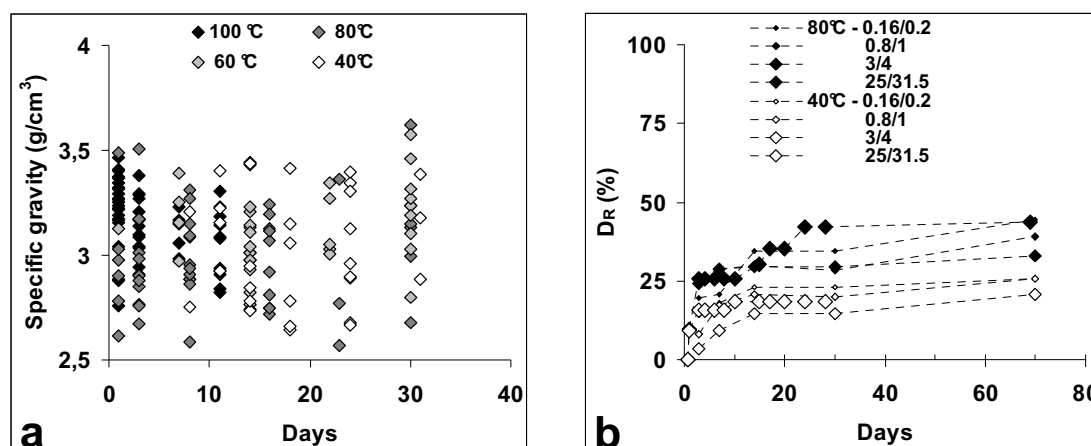
Granulométrie moyenne de la fraction dégradée au terme des essais à différentes températures

Fig. 3. 4: étude du mode de dégradation de la fraction 25/31.5, pour BS2 et BS3 et étude granulométrique.

De même, l'analyse granulométrique de la fraction dégradée (Fig. 3. 4b) montre clairement que BS3 produit bien plus d'éléments fins que BS2 au terme des essais. Par extension, ces observations conduisent à rappeler aussi que des grains de chaux vive (de granulométrie 25/31,5 par exemple), contenant 100% de chaux libre, se pulvérisent intégralement en présence d'eau pour donner une poudre de grande surface spécifique, de granulométrie inférieure au micron... L'expansion volumique des grains résulte de leur fragmentation en plus fines particules. Le mode de dégradation a donc des conséquences différentes sur l'expansion.

3.3.2.2 Dégradation en fonction du faciès

La Fig. 3. 5a, tirée des observations faites sur la classe 10/12,5 de BS1, montre clairement que la masse volumique réelle n'intervient pas dans la cinétique des dégradations, puisque quels que soient l'âge/température d'observation, les grains compacts ou caverneux se dégradent indifféremment. D'après ces essais, le faciès des grains ne peut alors être considéré comme un critère discriminant de la cinétique de la dégradation des grains de LAC.



BS1 – 10/12,5 : grains dégradés dans le temps en fonction de la masse volumique

BS3 – 40 et 80 °C : taux de dégradation D_R dans le temps en fonction de la taille

Fig. 3. 5 : Exemples de résultats observés sur la dégradation des grains

3.3.2.3 Dégradation en fonction de la taille

La Fig. 3. 5b présente le taux de dégradation dans le temps de quatre coupures de BS3 conservées dans l'eau à 40 et 80°C, tous faciès confondus. Pour une même température, le taux de dégradation dépend apparemment de la taille mais, dans leur ensemble, les évolutions entre coupures, températures et matériaux ne sont pas suffisamment cohérentes pour pouvoir distinguer un comportement généralisé. Par conséquent, les fluctuations observées n'ont pas été prises en compte à ce stade. A l'issue de ces essais, la cinétique de dégradation des grains a donc été considérée comme indépendante de la taille des grains.

3.3.2.4 Dégradation en fonction du temps/température

Les Fig. 3. 6a et Fig. 3. 6b présentent le taux de dégradation mesurée en fonction du temps (échelle logarithmique) pour BS2 et BS3, tous faciès et toutes coupures confondues. On observe une dispersion assez forte des résultats mais, dans leur globalité, ceux-ci suivent une évolution plutôt logique, indiquant par exemple que les grains les plus riches en chaux (BS3)

placés dans un bain à 100°C se dégradent bien plus vite que les grains plus pauvres en chaux (BS2) placés dans un bain à 40°C. Ces résultats ont été exploités pour établir un modèle de dégradation des LAC en milieux aqueux.

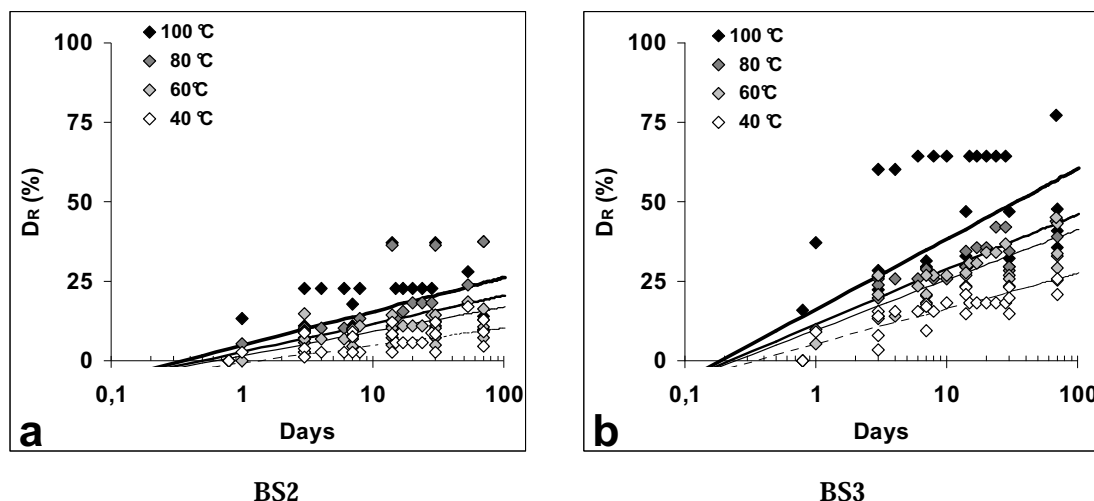


Fig. 3. 6 : Taux de dégradation dans le temps (échelle log) pour les différentes températures. Ajustement d'un modèle semi-logarithmique

3.4 Evolution de la concentration de la chaux dégagée dans le bain aqueux

Parallèlement aux mesures relatives à la dégradation des grains de LAC, des titrages de la chaux libérée dans le bain aux différentes températures (40, 60, 80 et 100°C) pour les coupures 25/31,5 de BS2 et BS3 et pour les coupures 10/12,5 – 25/31,5 – 50/63 de BS1 ont été réalisés.

3.4.1 Mode opératoire

Ces mesures ont été faites en respectant la procédure suivante :

- à intervalle régulier, un volume de 20 ml de la solution contenue dans les seaux de 12 litres a été prélevé.
- la chaux libérée par les laitiers est dosée par de l'acide chlorhydrique HCl 0,1N en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. L'acide est ajouté dans la solution jusqu'au virage de la solution du rose à l'incolore. Connaissant le volume d'acide ajouté, la concentration de la chaux libérée (g/l) par les laitiers peut être calculée.

3.4.2 Résultats

3.4.2.1 Concentration de la chaux dans le bain en fonction de la teneur en chaux libre des LAC

La Fig. 3. 7 présente l'évolution de la teneur en chaux libérée dans le temps pour les 4 températures considérées. L'annexe A 8 donne le détail des mesures. Rappelons ici que BS3 est le laitier le plus riche en chaux libre, BS2 le plus pauvre et BS1 a des teneurs intermédiaires. On peut remarquer que la chaux libérée en solution est corrélée à la teneur en chaux initiale des laitiers, quelle que soit la température.

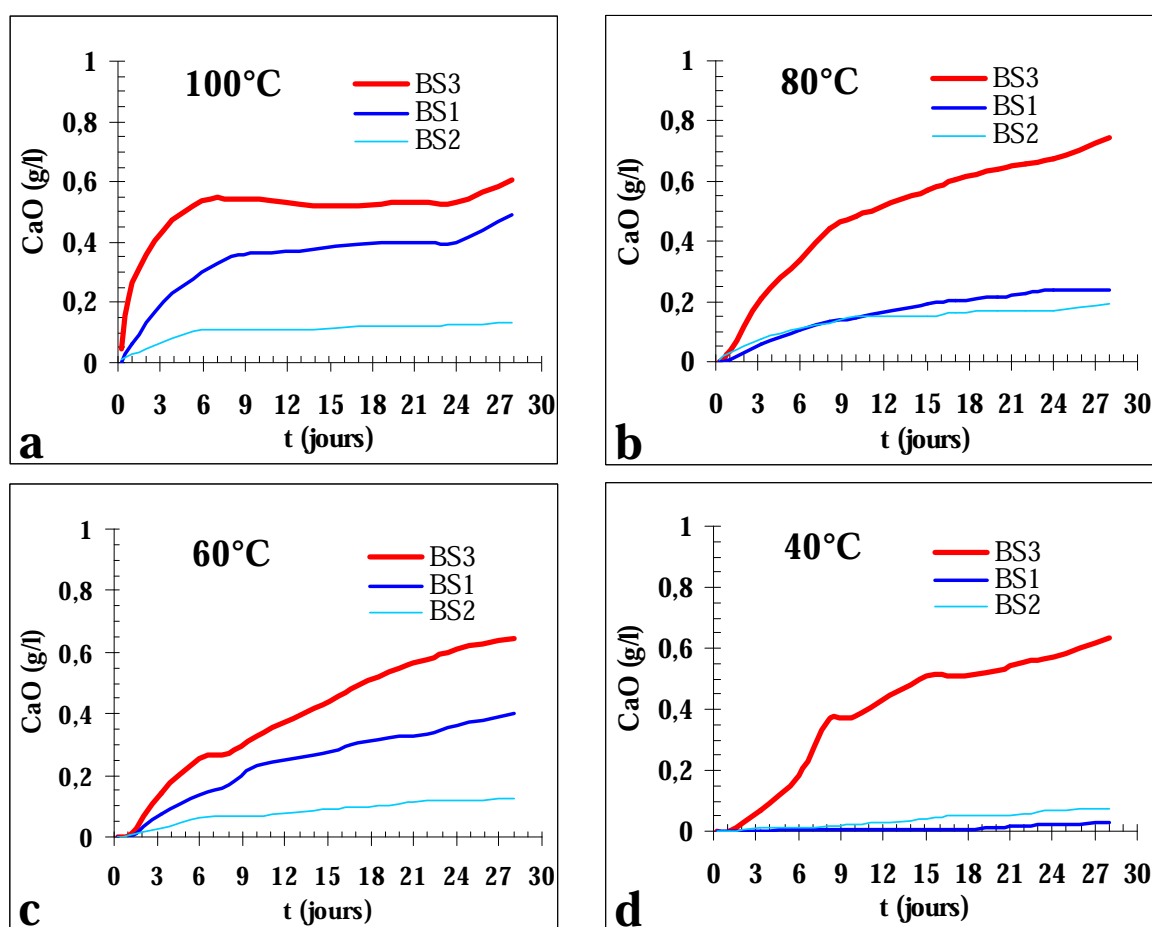


Fig. 3. 7 : Concentration de la chaux dans le bain aqueux en fonction de la teneur en chaux libre/temps

Les valeurs reportées sur la Fig. 3. 7d, obtenues pour les échantillons conservés à 40°C, montrent que les concentrations de la chaux libérée pour BS1 et BS2 sont faibles (< 0,1 g/l). On peut également noter que la courbe de BS2 est légèrement supérieure à celle de BS1. Cette constatation est en accord avec l'observation de la dégradation des grains puis qu'aucun

délitement de grains n'est observé pour BS1 alors que BS2 présente quelques grains dégradés. Les teneurs initiales en chaux de BS1 et BS2 sont proches et la teneur moyenne en chaux Leduc obtenue pour BS1 couvre une plus large étendue que celle de BS2 (cf. Tab. 2.3 du chapitre 2). Il est donc possible que les grains sélectionnés pour l'essai aient une teneur en chaux identique.

Les Fig. 3. 7b et Fig. 3. 7c présentent l'évolution de la concentration de la chaux en fonction du temps (sur une durée d'un mois). Lorsque la conservation en milieu clos (seau réellement hermétique) est assurée, c'est-à-dire qu'il n'y pas de pénétration de CO_2 présent dans l'air, la concentration de la chaux augmente au cours du temps, quelle que soit la température. Dans certains cas, on peut observer (Fig. 3. 7a) l'apparition d'un palier, ce qui sous-entend un ralentissement de l'hydratation. On s'attendrait à une augmentation continue de la teneur en chaux libérée jusqu'à atteindre la limite de solubilité qui, d'après le mode opératoire employé, ne devrait pas avoir lieu (volume d'eau de 12 litres proportionné à la limite de solubilité de la chaux pouvant être libérée de l'échantillon de 600 grammes de BS3). Dans ce cas, la fermeture quasi-hermétique n'a pas été assurée et la carbonatation de la chaux libérée a pu se produire sous l'action du CO_2 présent dans l'air. On peut d'ailleurs noter qu'une mince pellicule se forme à la surface de la solution dans les seaux (voir annexe A6). Celle-ci a été prélevée et analysée par diffraction des rayons X. Le diffractogramme présenté sur la figure Fig. 3. 8 montre bien la présence de calcite.

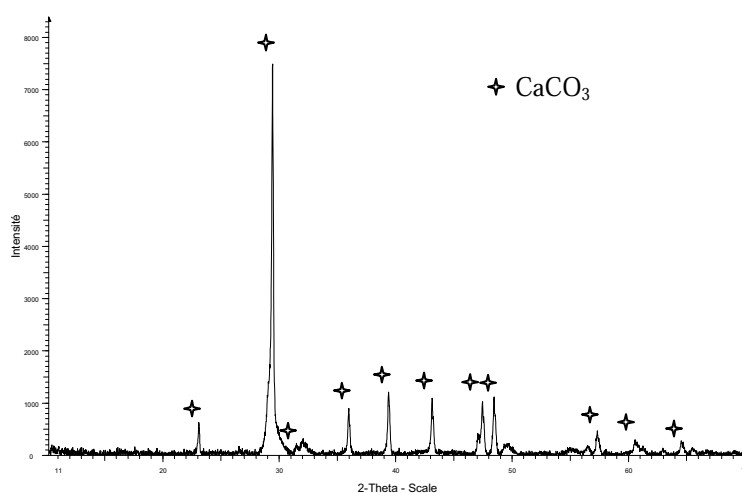


Fig. 3. 8: Diffractogramme de rayons X du solide surnageant dans les seaux

La Fig. 3. 9 montre la relation entre la quantité de CaO libérée (déduite du titrage de Ca^{2+}) et le taux de dégradation (la mesure de la concentration de la chaux dans le bain aqueux est réalisée en même temps que celle du taux de dégradation pour le même échantillon à une température définie). On constate que l'augmentation de la concentration de CaO libérée est liée à celle de la dégradation des grains (par exemple BS3 à 60°C - Fig. 3. 9) ; en revanche, lorsque les grains ne se dégradent plus, la concentration se stabilise (par exemple BS1 à 100°C) bien qu'il y ait encore une solubilisation de petite quantité de CaO dans le bain aqueux.

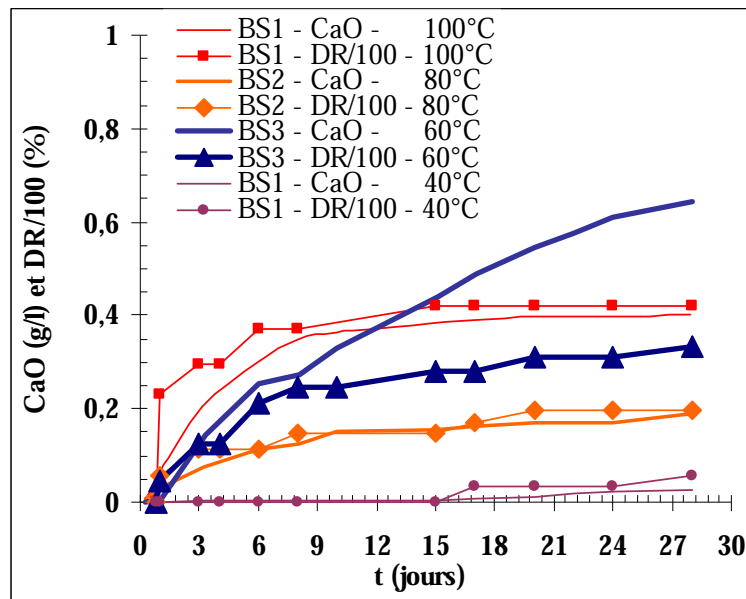


Fig. 3. 9 : Concentration de la chaux et Taux de dégradation associée (Dr/100)

3.4.2.2 Concentration de la chaux en fonction de la température/temps

L'hydratation des laitiers d'aciérie est similaire à celle du ciment mais elle est beaucoup plus lente et plus modeste [WANG *et al.*, 2010]. Elle peut cependant être accélérée par la température du milieu aqueux.

La Fig. 3. 10 présente l'évolution de la concentration en CaO libérée dans le temps, pour un type de LAC, à différentes températures. On peut remarquer que la teneur en chaux libérée est d'autant plus grande et rapide que la température est élevée. Ce phénomène est d'autant plus visible les jours qui suivent le début de l'essai. Au-delà d'une dizaine de jours, les courbes tendent vers un palier, qui montre donc un ralentissement de la teneur en chaux dosée, qui peut être due à un début de carbonatation. Ce palier est atteint d'ailleurs beaucoup

plus rapidement pour les échantillons conservés à 100°C et 80°C que pour ceux à basse température.

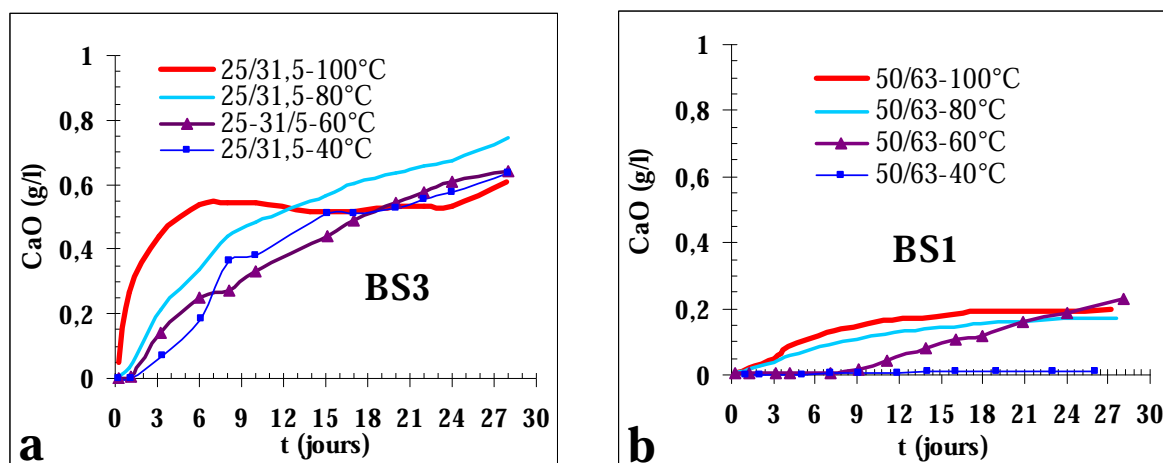


Fig. 3. 10 : Concentration de la chaux dans le bain aqueux en fonction de la température et du temps

A la fin des essais, les grains ont été analysés par microscopie électronique à balayage. Les photos sont présentées sur la figure Fig. 3.11.

On peut noter le début d'hydratation des laitiers caractérisé par la présence de « nodules » à la surface des grains. Ceux-ci sont plus nombreux pour les grains conservés à 80°C, ce qui confirme une accélération par la température de l'hydratation de ces matériaux.

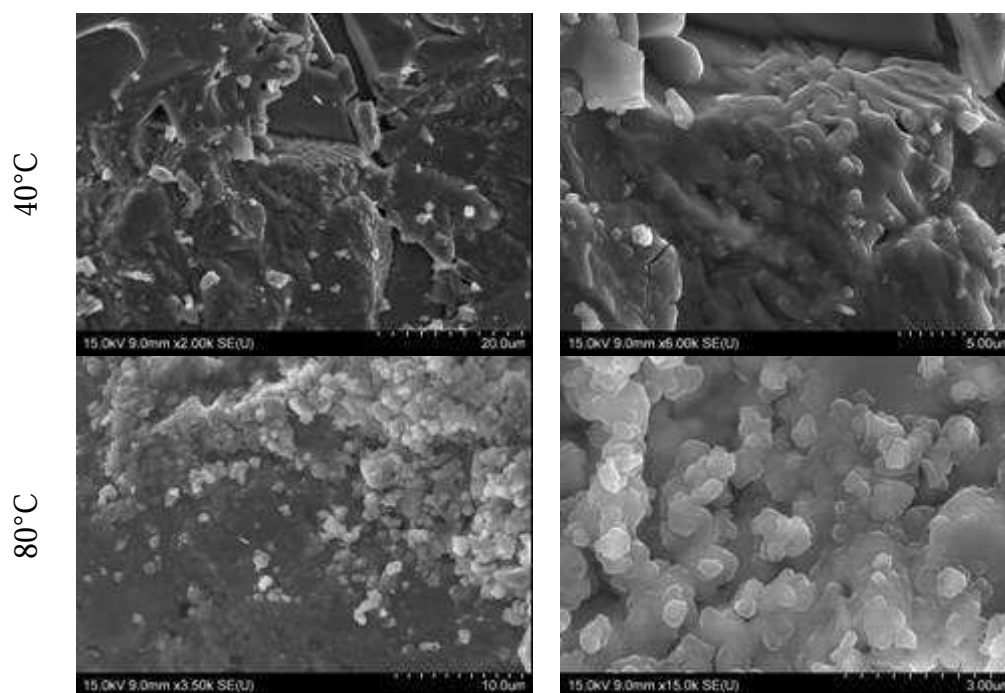


Fig. 3.11 : Micrographies MEB des grains de laitiers placés 30 j en milieu aqueux

3.4.2.3 Concentration de la chaux en fonction de la taille/temps

D'après le travail de Wang [WANG *et al.*, 2010], la vitesse d'hydratation des laitiers d'aciérie est fonction de la surface spécifique. La taille des grains de CaO dans les LAC est d'environ de quelques micromètres à plusieurs dizaines de micromètres. Ainsi, si par broyage on augmente l'accessibilité à l'eau pour la chaux dans les LAC, son hydratation sera d'autant plus forte.

La Fig. 3.12 présente l'évolution de la concentration en CaO libérée dans le temps, pour le LAC BS1 et une température définies, sur différentes coupures granulaires.

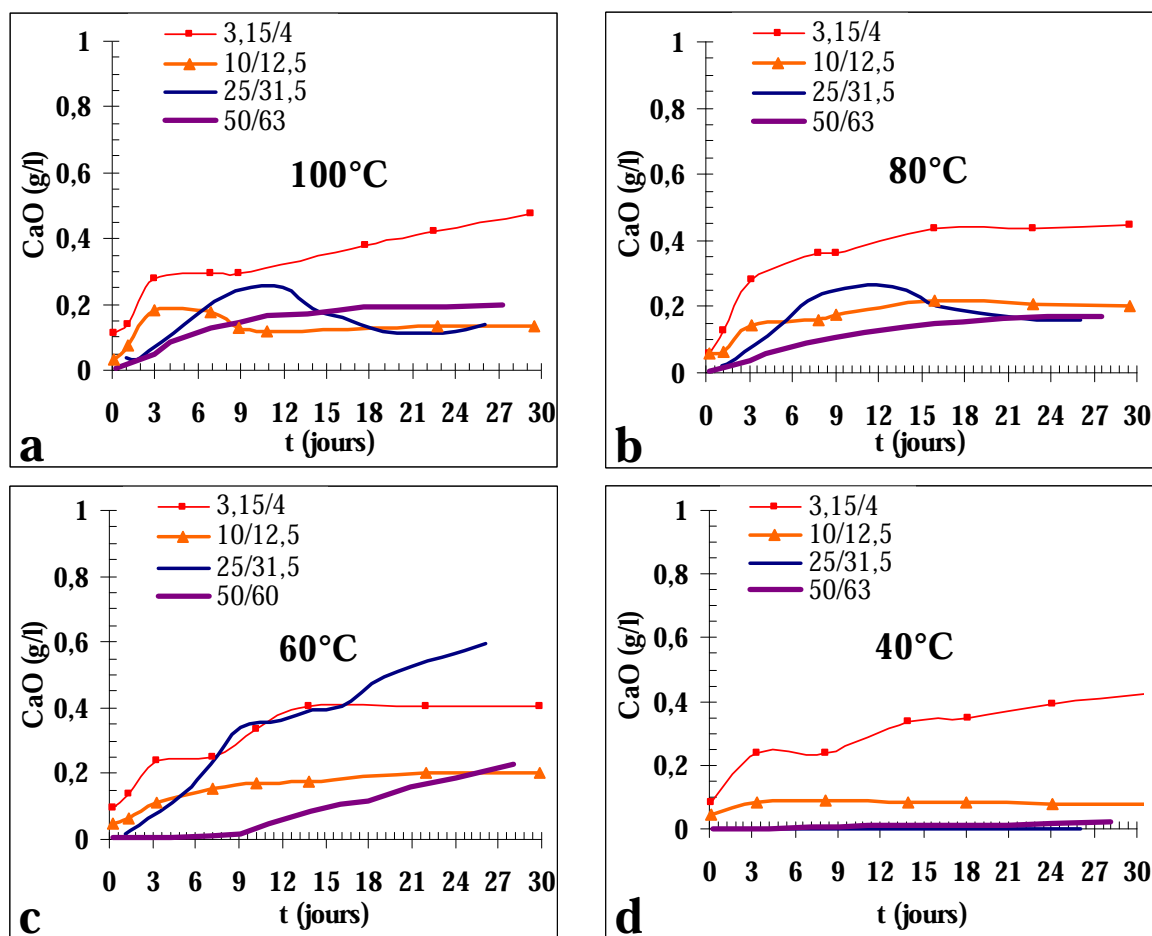


Fig. 3.12 : Concentration de la chaux dans le bain aqueux en fonction de la taille et du temps. BS1

On peut constater que, quelle que soit température étudiée, la concentration de la chaux libérée est d'autant plus grande et plus rapide que les grains sont fins.

Pour les mêmes raisons que celles mentionnées précédemment (carbonatation au cours du temps), ce phénomène est d'autant plus visible aux faibles échéances.

L'observation morphologique au MEB des fractions les plus fines est présentée sur la Fig. 3.13.

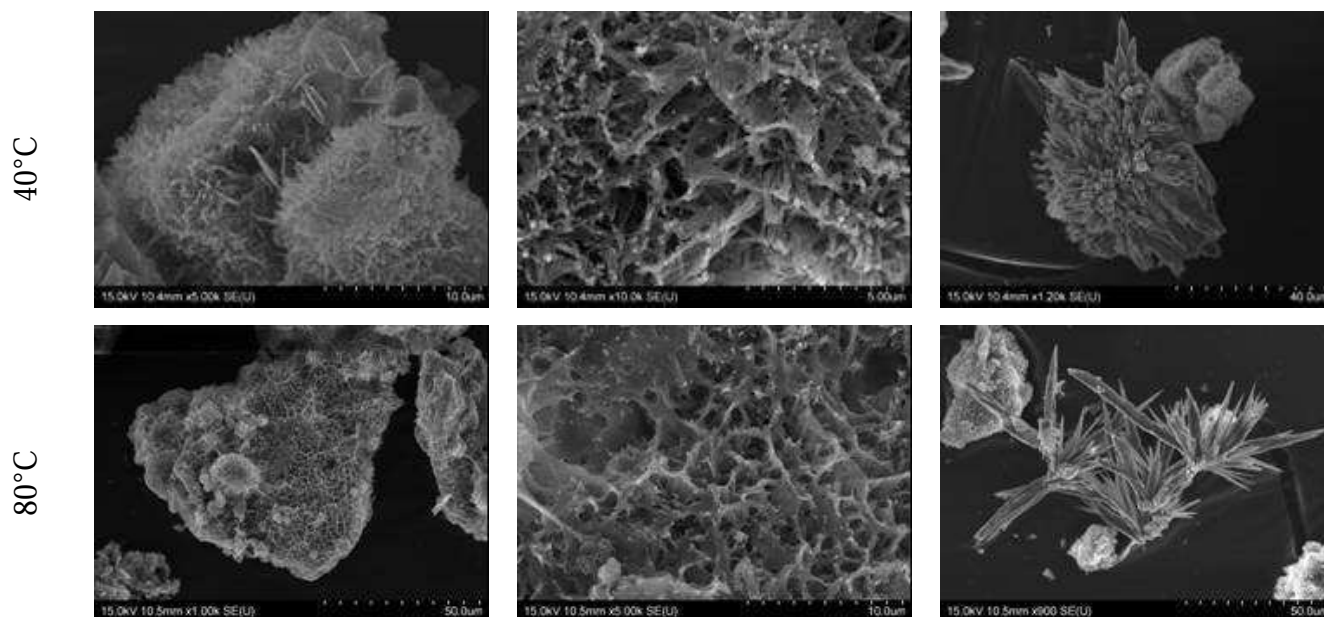


Fig. 3.13 : Micrographies MEB des fractions les plus fines de LAC placés 30 jours en milieu aqueux

Si l'on compare ces micrographies aux précédentes (Fig. 3.13) réalisées sur des fractions plus grossières, on peut remarquer une hydratation beaucoup plus importante, avec l'apparition d'un gel sur toute la surface de l'échantillon. L'analyse par spectrométrie EDS de ce gel montre qu'il contient essentiellement les éléments Ca, Si et O, il provient manifestement de l'hydratation de la phase C_2S du laitier. Ces micrographies montrent bien la plus grande réactivité des fractions les plus fines de laitier vis-à-vis de l'eau. On peut également noter la présence importante de calcite, qui se présente sous forme de baguettes ou d'aiguilles, qui n'avait pas été observée sur les fractions les plus grosses.

3.5 Etude granulométrique

Des analyses granulométriques ont été réalisées à l'issue des essais sur l'évolution de la dégradation des laitiers, sur toutes les coupures granulaires étudiées précédemment, à l'exception des fractions les plus petites (0,16/0,2 ; 0,8/1 ; 3,15/4). Une seule coupure 3,15/4 de BS1 a fait l'objet d'une analyse granulométrique.

La Fig. 3.14 présente les courbes granulométriques moyennes obtenues, pour différentes coupures granulaires, quelle que soit la température. Elle montre clairement que le laitier le plus riche en chaux libre BS3 donne plus d'éléments fins après essai que le laitier BS2, laitier le plus pauvre en chaux libre. On observe également que toutes les courbes

granulométriques de BS1 (dont la teneur en chaux libre est intermédiaire à celle des deux autres laitiers) se situent entre celles de BS3 et BS2.

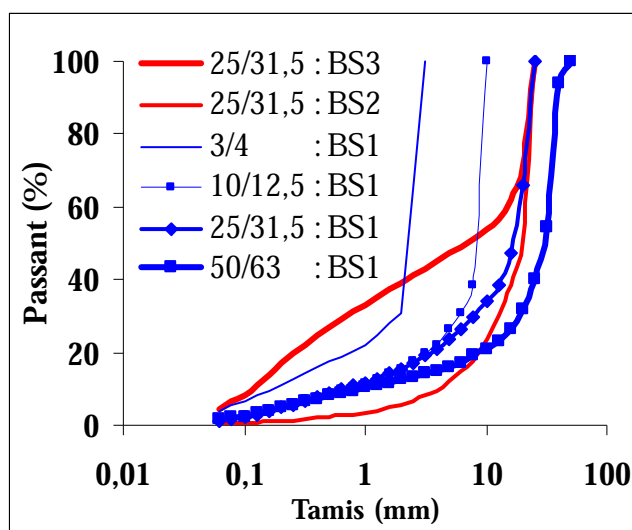


Fig. 3.14 : Courbes granulométriques des matériaux dégradés

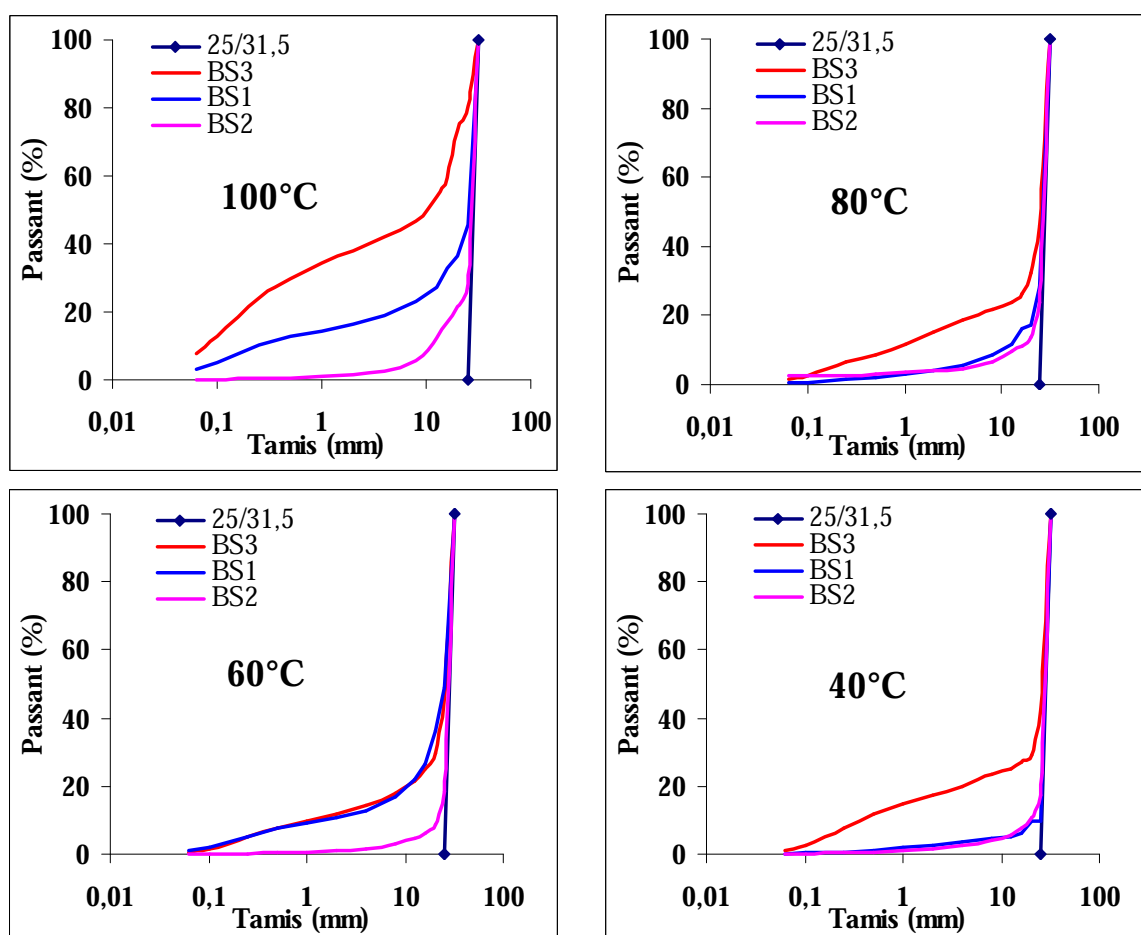


Fig. 3.15 : Courbes granulométriques de la coupure 25/31,5 pour les 3 LAC placés à différentes températures

Les analyses granulométriques effectuées sur une seule coupure (25/31,5) de chaque LAC, placée à différentes températures donnent aussi le même résultat (Fig. 3. 18).

Comme il l'a été mentionné précédemment, la température accélère la vitesse de dégradation des laitiers et est donc un facteur important à considérer dans l'étude de la modélisation de la dégradation des LAC.

Les courbes granulométriques tracées pour BS1 à différentes températures montrent que plus la température est élevée, plus la proportion d'éléments fins est importante (Fig. 3.16).

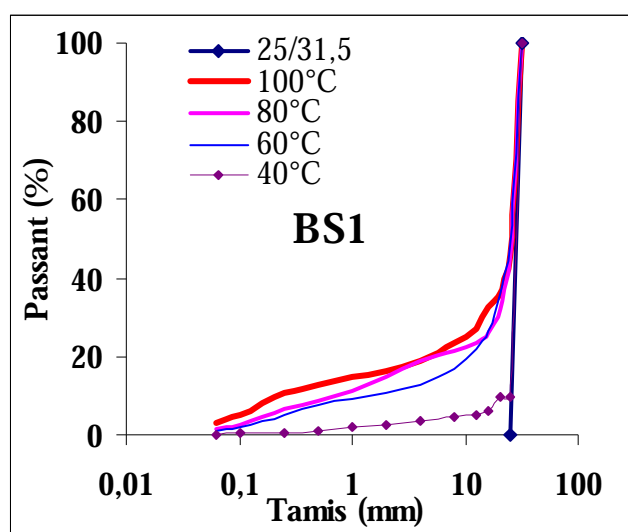


Fig. 3.16 : Courbes granulométriques de coupure 25/31,5 selon la température pour le BS1

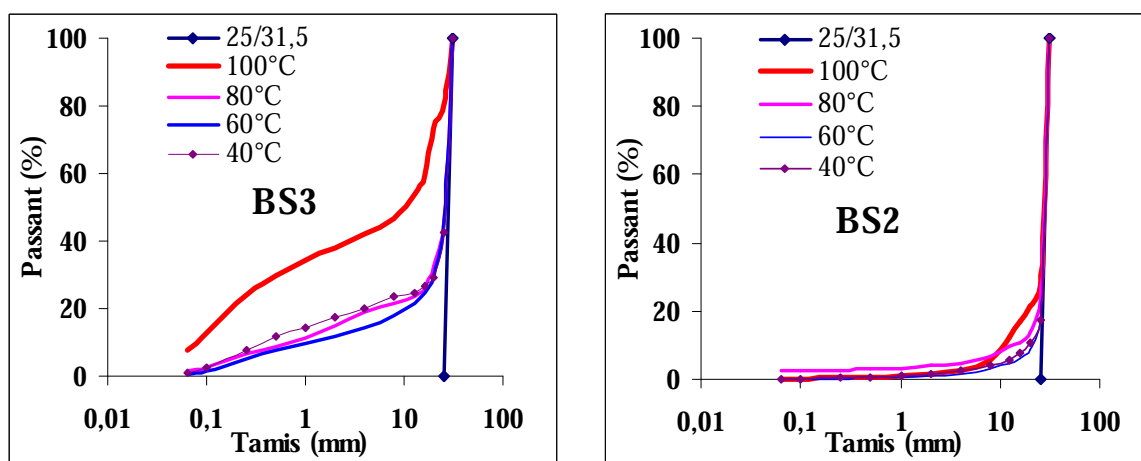


Fig. 3.17 : Courbes granulométriques de la coupure 25/31,5 selon la température pour BS2 et BS3

Ce résultat est moins visible pour les deux autres laitiers BS2 et BS3 (Fig. 3.17). Pour BS3, une nette différence apparaît entre la courbe granulométrique obtenue pour les grains conservés à 100°C et celles obtenues pour les grains conservés aux autres températures, ceci

montre l'influence de la température sur la dégradation des laitiers ayant une teneur en chaux libre élevée. Par contre, pour BS2 cette différence est moins marquée.

Il faut préciser que l'essai sur BS1 a été réalisé sur un échantillon plus conséquent (double quantité de grains) qu'avec les essais de BS2 et BS3. Le résultat est donc plus représentatif pour le BS1 que pour les deux autres laitiers.

3.6 Modélisation

3.6.1.1 Taux de dégradation

La première étape a consisté à ajuster aux points expérimentaux des Fig. 3. 6a et Fig. 3. 6b une loi simple décrivant l'évolution du taux de dégradation dans le temps. Un modèle semi-logarithmique est apparu pertinent, car il a l'avantage de supposer que les grains de LAC finissent tous par se dégrader dans un délai plus ou moins long, qui ne dépend que de la teneur en chaux. La température accélère les réactions, donc influe sur la vitesse des dégradations, mais elle ne peut déterminer un taux final ou maximal de dégradation d'un LAC donné. La meilleure corrélation pour l'ensemble des points expérimentaux a été obtenue avec la relation suivante :

$$D_R = r.LOG\left(\frac{J}{a}\right) + b \quad [3.1]$$

avec :

- r (vitesse) la pente de la droite dans le repère semi-logarithmique,
- J l'âge de l'observation (en jours)
- a et b sont les coordonnées d'un « point d'origine » commun de toutes les droites semi-logarithmiques. L'adoption de ce point arbitraire permet d'avoir une bonne estimation du taux de dégradation au jeune âge notamment. Les valeurs de a et b retenues sont 0.1 et -6 respectivement

Les Fig. 3. 6a et Fig. 3. 6b reproduisent les ajustements semi-logarithmiques obtenus sur les points expérimentaux issus de BS2 et BS3. On notera une assez forte dispersion autour de la droite moyenne pour certains points (BS3, 100°C par exemple) mais, dans l'ensemble, ce modèle apparaît globalement satisfaisant. Rappelons que pour une température, les points traités couvrent tous les faciès de grains sur une large plage de tailles.

Dans une seconde étape, les pentes (r) obtenues ont été rapprochées de la température (T) des bains de conservation. Pour BS2 et BS3, les évolutions s'ajustent chacune de façon satisfaisante à une droite dont l'extrapolation conduit à un point de concours situé sur l'axe

des abscisses, à -25 °C environ (Fig. 3. 18a). Cette interprétation peut paraître audacieuse, mais elle est confirmée par une expérience réalisée avec les gravillons 25/31.5 de chaux vive qui, mélangés à des copeaux de glace, restent intacts en deçà de -25 °C, alors qu'ils se détériorent de plus en plus rapidement lorsque la température se rapproche de 0°C. L'expérience montre donc que l'hydratation de la chaux vive ne s'arrête pas à 0°C, mais qu'elle se produit aussi en présence de glace jusqu'à une température bien plus basse, à des vitesses de plus en plus lentes toutefois. La relation proposée pour décrire l'évolution de la vitesse v de dégradation en fonction de la température T s'écrit alors :

$$v = p.(T + 25) \quad [3.2]$$

avec :

- p la pente de la droite d'ajustement.

Pour BS1, les résultats obtenus sont moins probants, mais ce LAC est formé d'un mélange de produits à différentes teneurs en chaux (mélange de coulées).

La modélisation est alors achevée en rapprochant les valeurs de p de la teneur en chaux (%CaO) des deux LAC utilisés pour les essais (Fig. 3. 18b). Par ailleurs, des mesures de vitesse de dégradation réalisées avec le gravillon de chaux vive (100% de CaO), à 100 et 0°C notamment, ont permis d'évaluer une valeur de p supplémentaire. Enfin, on sait qu'un LAC ne contenant pas de chaux vive ne subira a priori aucune dégradation ($p=0$). Les quatre points ainsi obtenus présentent alors une évolution qui peut être correctement décrite par une loi de puissance qui s'écrit :

$$p = c.(\%CaO)^d \quad [3.3]$$

avec :

- c et d les deux paramètres de la loi de puissance dont les valeurs sont respectivement $c=0.00342$ et $d=1.69$

Cette modélisation permet alors de disposer d'un outil généralisé pour calculer le taux de dégradation D_R à un âge J donné ou encore l'âge J auquel un certain taux de dégradation DR sera atteint, en fonction de la teneur moyenne en chaux libre des LAC (%CaO) et de la température moyenne environnante (T), en milieu humide. Ces relations s'écrivent :

$$D_R = \text{MAX} \left[0; c.(\%CaO)^d.(T + 25). \text{LOG} \left(\frac{J}{a} \right) + b \right] \quad [3.4]$$

$$J = a.10^{\frac{D_R - b}{(T+25).c.(\%CaO)^d}} \quad [3.5]$$

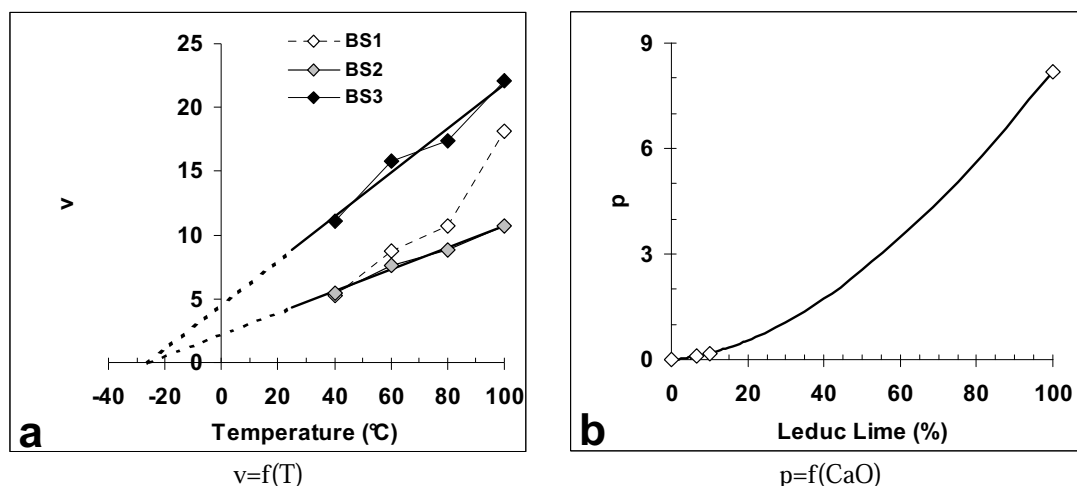


Fig. 3. 18 : Évolution de la vitesse de dégradation en fonction de la température (a) et effet de la teneur en chaux (b). Modèles

A titre d'exemple, ces relations prédisent qu'un LAC titrant 10% de chaux Leduc placé dans un environnement à 10°C pendant 1 an aura environ 15% de grains dégradés. Un autre LAC titrant 6% de CaO Leduc aura environ 9% de grains dégradés après 50 ans de conservation dans un environnement humide à 15°C. Ces relations montrent aussi que le facteur principal qui contrôle la vitesse et le taux de dégradation est la teneur en chaux libre du produit. La température accélère ou ralentit assez considérablement le phénomène mais, dans un corps de chaussée par exemple, celle-ci reste relativement constante dans le temps.

3.7 Conclusion

L'essai portant sur le délitement des grains de LAC dans l'autoclave a permis de montrer que la dégradation de LAC peut être accélérée par la température en plaçant ce laitier en milieux aqueux à haute température.

Une série de différentes coupures granulaires allant de la petite taille (0,16/0,2) à une grande taille (50/63) a été utilisée pour étudier l'évolution de la dégradation des LAC en fonction de la taille, du faciès et de la température. Les grains de toutes tailles et de tous faciès se dégradent progressivement, à une vitesse qui dépend principalement de la teneur en chaux libre. Des essais particuliers réalisés avec trois LAC ayant des teneurs en chaux libre différentes ont permis alors d'évaluer, de façon satisfaisante, un taux moyen de dégradation dans le temps.

Ces données, complétées par des mesures sur un granulat de chaux vive, ont permis d'établir un modèle qui donne le pourcentage volumique de grains de LAC dégradés à toute échéance en fonction de la teneur en chaux libre présente dans les grains

Chapitre 4 : Etude et modélisation du gonflement à la vapeur des LAC

4.1 Présentation de l'étude et de la démarche

Les expériences présentées dans le chapitre 3 ont permis d'illustrer les modes de dégradation des laitiers d'aciérie de conversion placés en milieu aqueux. Les grains de toutes tailles se fragmentent et/ou se pulvérisent progressivement dans le temps, en fonction notamment de leur teneur en chaux libre et de leur structure/porosité interne. Les mesures réalisées ont permis aussi de quantifier l'intensité de ces dégradations dans le temps, en relation avec la teneur moyenne en chaux libre et la température environnante.

Dans un mélange granulaire de type Graves Non Traitées (GNT) par exemple, ces dégradations provoquent l'augmentation de la volumétrie initiale des grains et, par suite, du volume apparent de leur empilement. Elles modifient aussi la granularité initiale du matériau. La pérennité de l'ouvrage peut alors être compromise si ces désordres deviennent importants. Il importe par conséquent d'apprécier le potentiel expansif de tout produit contenant des LAC avant son utilisation dans les assises de chaussées notamment.

Le chapitre 4 comprend les parties suivantes :

- Etude de la stabilité volumique des laitiers d'aciérie par l'essai « Steam Test », défini dans la norme NF EN 1744-1 [EN, 1998]. Cet essai consiste à accélérer l'hydratation de la chaux vive (et de la magnésie libre, le cas échéant) contenue

dans les grains à l'aide d'un flux de vapeur continu, et à mesurer après 24 heures l'expansion volumique de l'empilement granulaire soumis à l'essai. Motz et al. [MOTZ et al., 2001] précisent que l'essai doit durer 168 heures si la teneur en MgO total dépasse 5%, car la magnésie s'hydrate moins vite que la chaux libre. Les normes « granulats » [EN1, 2003] et [EN2, 2003] définissent des catégories de LAC pour différents types d'usages, au regard de l'expansion maximale mesurée. Quelques essais ont été réalisés avec ce matériel au Laboratoire Régional des Ponts et Chaussées (LRPC) de Nancy.

- Etude du gonflement à la vapeur par un essai similaire réalisé dans le moule CBR. Cette étude s'intéresse à l'expansion volumique à la vapeur des trois LAC utilisés (BS1, BS2 et BS3), d'un autre LAC de vieille production, et de granulats de chaux vive. Chaque mesure a duré de dix à quinze jours en général (sauf pour la chaux vive), car l'expansion n'était pas achevée après 24 ou 168 heures. Les courbes obtenues ont pu être ajustées à un modèle hyperbolique empirique dont les paramètres ont été reliés à la compacité de l'empilement et à une teneur en « chaux libre équivalente ». Ce terme désigne la quantité de chaux potentiellement active au moment de l'essai ou de l'utilisation des LAC, qui peut différer significativement de la quantité mesurée par titrage sur la poudre issue des produits frais ou plus anciens. En effet, avec ces matériaux évolutifs, la chaux libre mesurée sur un échantillon représentatif ne correspond pas forcément à la chaux disponible dans le matériau, pour des raisons d'accessibilité différentielle selon la taille des grains notamment. De même, une partie de la chaux libre peut avoir évolué (hydratation, carbonatation) au sein des grains les plus fins, dans le laps de temps qui sépare le concassage, les mesures physicochimiques et l'utilisation des matériaux. Pour ces raisons, la teneur en chaux libre n'est pas un critère toujours pertinent, sauf si la mesure est synchronisée à l'utilisation des produits, sur la ou les fractions granulaires utilisées.

4.2 Essais « Steam Test »

4.2.1 Principe de l'essai et mode opératoire

Un échantillon compacté de LAC, composé à partir de fractions granulométriques connues, est soumis à un courant de vapeur à 100°C et à pression atmosphérique. De cette

manière, l'humidité nécessaire pour favoriser la réaction de la chaux libre ou de la magnésie libre est fournie en continu à l'échantillon. Tout changement de volume suite à cette réaction peut être lu sur le cadran d'un comparateur installé au centre de la surface supérieure de l'échantillon. Le résultat donné est l'augmentation de volume, calculée en pourcentage par rapport au volume initial de l'échantillon compacté de ce laitier (Fig. 4. 1).

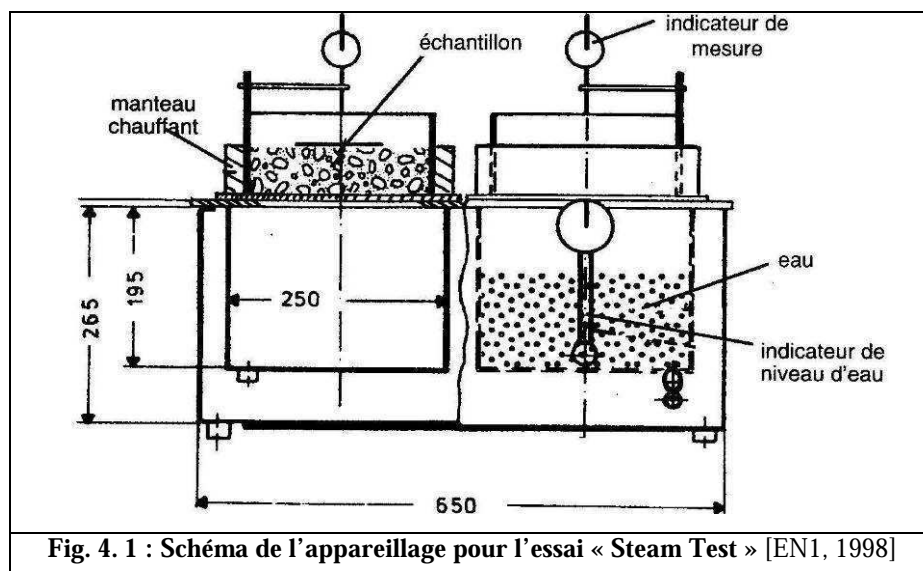


Fig. 4. 1 : Schéma de l'appareillage pour l'essai « Steam Test » [EN1, 1998]

4.2.2 Préparation et compactage des prises d'essai

L'essai à la vapeur est réalisé sur un granulat 0/22 mm, construit selon la courbe de Fuller, dont l'équation est rappelée ci-après :

$$p = A + (100 - A) \left(\frac{d}{D_{\max}} \right)^m \quad [4.1]$$

avec :

- p le pourcentage de passants au tamis d
- A une constante fixant la valeur de p à l'origine (A=0 dans le cas présent)
- $D_{\max}$ la taille maximale du granulat ($D_{\max}=22,4$ dans le cas présent)
- m un exposant (m=0,5 dans le cas présent)

Les proportions en masse des différentes classes granulaires sont données dans le tableau Tab. 4. 1. L'échantillon doit être préalablement séché à 110°C (± 5°C) jusqu'à masse constante. L'expansion est déterminée sur au moins deux prises d'essai. La quantité de matériau requise pour chaque prise d'essai est de 4,5 kg.

Calibre en mm	% en masse
0-0,5	15
0,5-2	15
2-5,6	19
5,6-8	10
8-11,2	11
11,2-16	15
16-22	15
Total	100

Tab. 4. 1 : Distribution granulométrique de Fuller pour l'essai « Steam Test »

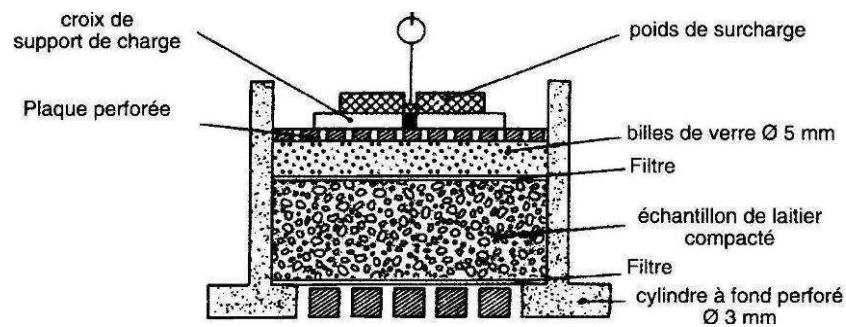


Fig. 4. 2 : Cylindre d'essai de Steam Test [EN, 1998]

La base perforée du cylindre d'essai est couverte d'un filtre et la prise d'essai est transférée dans le cylindre. L'échantillon sec est ensuite compacté dynamiquement sur la table vibrante pendant 6 minutes à une fréquence de 48 ± 3 Hz (amplitude $\pm 1,5$ mm) et sous une pression de $0,035 \text{ N/mm}^2$. Dans ces conditions, il demeure dans l'échantillon de laitier un volume de vides (intergranulaires) de 20% à 25% en volume.

Après compactage, le volume V_S de la prise d'essai est déterminé par différence entre le volume V_C du cylindre et le volume V_A entre l'échantillon de laitier et le bord supérieur du cylindre. V_C et V_A sont calculés d'après la surface du moule, sa hauteur et la hauteur moyenne entre l'échantillon et le bord supérieur du moule (quatre lectures réparties). L'échantillon est ensuite couvert par un filtre et par une couche de billes en verre lubrifiées avec de l'huile de silicone, afin de réduire les frottements (Fig. 4. 2).

4.2.3 Mode opératoire

Le cylindre d'essai est fixé au générateur de vapeur. La plaque perforée, le croisillon et le poids de lestage sont alors posés sur la couche de billes et le comparateur ou le capteur de déplacement, qui enregistre le déplacement vertical de la surface de l'échantillon, est alors fixé à un support relié à l'unité d'étuvage. Lors de la mise en route de l'unité d'étuvage, l'échantillon de laitier se réchauffe avec une augmentation de volume. Afin de ne pas tenir

compte de ces déformations, le déplacement n'est pas enregistré avant que la vapeur ne passe librement à travers l'échantillon.

4.2.4 Calcul d'expansion

Elle est donnée par la relation suivante :

$$Expansion(\%_{volume}) = \frac{\pi \times h \times d^2}{4 \times V_s} \times 100 \quad [4.2]$$

où :

- h est le déplacement de section supérieure, lue par le détecteur, exprimé en mm
- d est le diamètre de l'échantillon en mm

Comme $V_s = \frac{\pi \cdot h_{initiale} \cdot d^2}{4}$ ($h_{initiale}$ est la hauteur initiale de la prise d'essai), la relation devient :

$$Expansion(\%_{volume}) = \frac{\Delta h}{h_{initiale}} \times 100 \quad [4.3]$$

4.2.5 Résultats

Quelques essais ont été effectués au LRPC de Nancy sur le LAC BS1. Ils ont duré 24h, 48h et 120h. Les résultats obtenus sont présentés sur la Fig. 4. 3.

Le gonflement à la vapeur a été enregistré, mais n'est pas stabilisé après 24 heures, ni d'ailleurs après 120 heures. Il est rapide au début et se ralentit par la suite. Pour ce matériau, l'expansion volumique est de 1-1,5 % à un jour et de 2,5% à deux jours. Ces résultats sont comparables à ceux publiés dans la littérature [DA SILVEIRA, *et al.*, 2005]. D'après les spécifications des normes «granulats» européennes [EN1, 2003] et [EN2, 2003], ce laitier peut être classé V₅ pour un usage en MTLH (Mélange Traité aux Liants Hydrauliques) et V_{3,5} pour un usage en mélanges hydrocarboné utilisé dans les corps de chaussées.

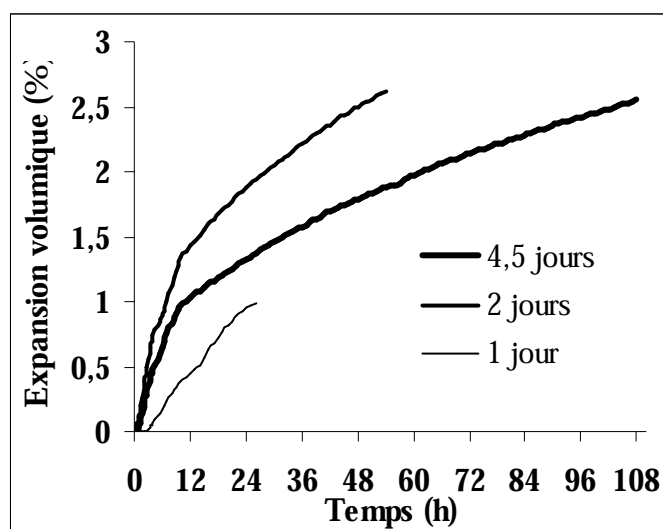


Fig. 4. 3: Courbes d'expansion à la vapeur lors de l'essai «Steam Test » pour BS1

4.3 Utilisation du moule CBR pour mesurer l'expansion à la vapeur

Dans le cadre des travaux, le moule CBR a été préféré au moule préconisé par la norme car il est couramment utilisé dans les laboratoires routiers pour l'étude des produits destinés aux assises de chaussées (compactage, formulations). L'essai d'expansion à la vapeur devient alors un prolongement de ces études, comparable à la mesure du gonflement sous eau des échantillons de sol compactés. Par ailleurs, l'épaisseur de matériau testé dans l'essai CBR est plus proche de l'épaisseur des couches de structure des chaussées. Les effets d'échelles sont ainsi minimisés, comparativement à l'essai normalisé. Enfin, ce moule comporte des équipements spécialisés (embase et plaque perforées, support de comparateur, etc.) qui servent tels quels pour cet essai.

4.3.1 Matériel et mode opératoire

Les caractéristiques du moule CBR sont présentées dans le Tab. 4. 2 et sur la Fig. 4. 4 :

Hauteur du moule	152	mm
Diamètre du moule D_{moule}	152	mm
Hauteur de la cale	25,2	mm
=> Volume du moule vide $V_{\text{moule.vide}}$	2300	cm ³

Tab. 4. 2 : Caractéristiques du moule CBR

L'appareil mis au point comporte une cuve chauffante génératrice de vapeur sur laquelle le moule CBR préalablement rempli est fixé (Fig. 4. 5). La cuve chauffante est un autoclave programmable du commerce. Son couvercle a été remplacé par un disque

métallique de diamètre légèrement supérieur au diamètre de la cuve, percé en son centre d'un trou à la dimension du corps du moule CBR (152 mm), qui est celle aussi de la zone qui comporte des perforations dans l'embase du moule. Ce disque est fixé sur la cuve par les attaches du couvercle et l'étanchéité est assurée par un joint profilé fiché sur le bord supérieur de la cuve. Le moule CBR se pose sur ce disque, centré sur l'orifice, et il est maintenu par quatre attaches solidaires du disque. L'étanchéité de cette liaison est assurée par un joint torique serti dans la face supérieure du disque. Un tube fileté étanche traverse le disque dans l'espace entre l'embase et la cuve. Il supporte un système d'alimentation d'eau à niveau constant placé à l'intérieur de la cuve (vanne et flotteur en cuivre) et il est relié à une réserve d'eau déminéralisée placée en hauteur.

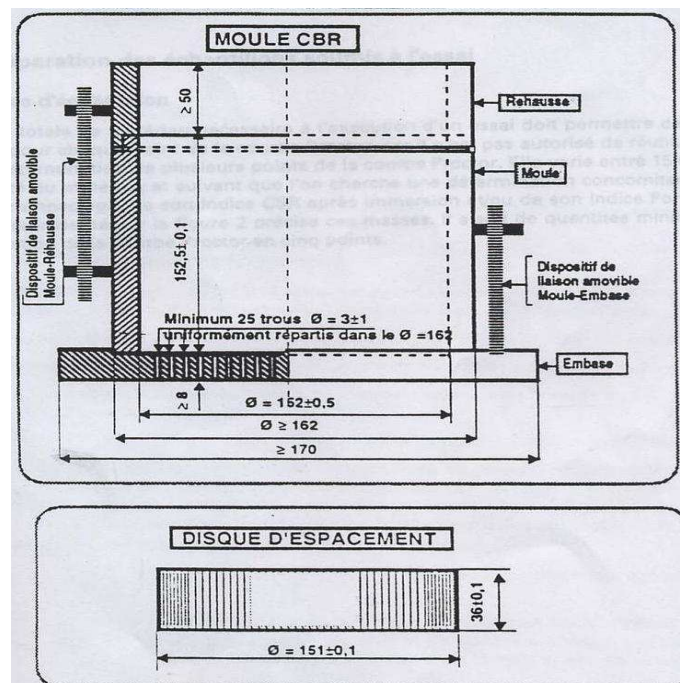


Fig. 4. 4 : moule CBR

Le remplissage du moule CBR peut s'effectuer de deux façons :

- Mode 1 : en respectant les consignes de l'essai Proctor. Dans ce cas, les couches sont compactées à l'énergie retenue (Proctor normal dans le cas présent) dans le moule équipé de l'embase, du disque d'espacement et de la hausse. Celle-ci est ensuite retirée et le matériau est arasé. La masse et la masse volumique de l'empilement sont déduites de la pesée du moule vide et du moule plein, le volume du moule étant connu. Un papier filtre au diamètre extérieur du moule est alors placé sur une seconde embase, qui est posée à l'envers et fixée sur la partie

supérieure du moule, au contact du matériau. Ce papier filtre sert à assurer l'étanchéité de la liaison embase/moule et à protéger les perforations de l'embase. Le moule est alors retourné. La première embase et le disque d'espacement sont retirés.

- Mode 2 : en compactant le matériau sous contrainte et vibration. Dans ce cas, le serrage est assuré par un piston métallique circulaire ajusté au diamètre du moule développant une contrainte de 10 kPa. L'indice de serrage associé est $K=9$ ([DE LARRARD, 1999]. Le moule équipé de l'embase, du papier filtre et de la hausse est fixé sur une table vibrante. Le matériau est déversé dans le moule puis recouvert du disque d'espacement et du piston. La table vibrante est actionnée pendant deux minutes. Le piston, la hausse et le disque d'espacement sont alors retirés. Le volume du matériau compacté est calculé à partir de la mesure de la distance moyenne séparant le bord supérieur du moule de la surface du matériau. Sa masse est déduite de la pesée du moule vide et du moule plein. Elle doit être prévue pour que la partie supérieure du disque d'espacement affleure autant que possible la génératrice supérieure du moule.



Fig. 4. 5 : Appareil pour l'essai d'expansion à la vapeur, en cours de mise au point

Les opérations suivantes sont identiques, quel que soit le mode de remplissage. Elles consistent à poser sur le matériau compacté, à la place du disque d'espacement, un second filtre en papier, la plaque perforée munie en son centre de la tige réglable, deux surcharges de 4,5 kg chacune (par similitude avec l'essai de gonflement des sols), et le trépied prenant appui sur le moule, qui supporte le capteur de déplacement. Un tabernacle fixé sur la tige protège le capteur de la vapeur qui traverse l'échantillon. Le moule ainsi équipé est fixé sur la cuve contenant l'eau en ébullition. Le capteur est relié à une centrale d'acquisition. Les mesures de gonflement sont faites toutes les 30 minutes, pendant deux semaines en moyenne. Elles sont converties en expansion volumique relative, rapport de l'accroissement de volume au volume initial, repéré ΔV (%) dans ce qui suit.

4.4 Mesures

Diverses mesures d'expansion à la vapeur ont été réalisées avec ce matériel. Les premières ont été faites sur des empilements granulaires conformes à la norme, c'est-à-dire construits selon une distribution de Fuller. Le but ici est de tester le matériel et de proposer un modèle décrivant fidèlement les expansions. Les secondes ont été réalisées sur des coupures moins compactes, de spectre granulaire restreint, pour apprécier l'influence de la compacité sur les variations volumiques. Ces deux types de mesures ont été faites avec les trois LAC étudiés. Une troisième série de mesures a porté sur des LAC de vieille production (repérés BSO) et une quatrième sur des granulats de chaux vive ($\approx 98\%$ de CaO), repérés BSL. Enfin, des mesures ont été réalisées sur des GNT, mélanges de différents taux de LAC et d'un laitier cristallisé de haut fourneau. Il s'agit ici d'apprécier la capacité des modèles proposés à prédire l'expansion des mélanges (voir chapitre 5).

Précisons à ce stade que le déroulement normal de certains essais a été perturbé par diverses avaries inéluctables à la mise au point du matériel prototype (déclenchement inopiné de la sécurité de l'autoclave, obstruction du système de régulation d'eau à l'intérieur de la cuve, etc.). Si la panne est survenue quelques jours après le début du programme, l'essai a été relancé et les données ont été conservées en opérant une simple translation de la base temps. Ce choix a été fait compte tenu de la durée des essais, au regard du délai imparti pour l'étude. Seules les mesures initiales sont donc réellement valides dans ce cas, les autres mesures n'étant qu'indicatives, dont l'expansion maximale. Sinon, les essais ont été refaits. De même, les essais réalisés avec les produits fins (0/0,080 par exemple) ont présenté après quelques heures ou quelques jours d'exposition à la vapeur une consolidation importante qui a rigidifié

l'empilement et modifié significativement le régime de l'expansion. Les données relatives à ces « essais irréguliers » apparaissent en italique dans les Tab. 4. 5 et Tab. 4. 6 dédiés aux résultats, et par une symbolique différente sur les figures concernées.

Pour chaque essai, les paramètres suivants ont été enregistrés : mode de remplissage du moule (mode 1 ou mode 2) ; masse volumique de l'empilement granulaire séché compacté ; compacités réelle Φ_R et absolue Φ_A de l'empilement ; âge du produit et de son concassage ; granularité des produits initiaux et des produits résiduels ; durée de l'essai et courbe d'expansion à la vapeur associée.

La teneur en chaux Leduc moyenne considérée pour chaque LAC est celle mesurée sur des poudres finement broyées, ($\leq 40 \mu\text{m}$) issues des produits frais ou de gros grains intacts. Les valeurs considérées sont les suivantes (cf. chapitre 2) : $\text{CaO}_{\text{BS1}}=7,6\%$, $\text{CaO}_{\text{BS2}}=6,7\%$, $\text{CaO}_{\text{BS3}}=10,2\%$. Pour chaque échantillon testé, ces valeurs ont du être modulées pour prendre en compte la taille et l'âge des grains au moment de l'essai (teneur en chaux libre équivalente), car les expansions obtenues n'étaient pas toujours en relation avec ces valeurs. Par exemple, pour un même LAC, certaines fractions fines ont généré des expansions bien supérieures à celles de fractions plus grosses, de compacité comparable (voir plus loin). La mesure de la teneur en chaux libre sur un échantillon représentatif n'a donc pu être retenue comme seul critère de référence pour caractériser la nature du produit soumis à l'essai d'expansion.

Rappelons par ailleurs que la compacité réelle Φ_R , et la compacité absolue Φ_A de l'empilement granulaire sont données par les relations :

$$\Phi_R = \frac{MV_{\text{vrac}}}{MVR} \quad \text{et} \quad \Phi_A = \frac{MV_{\text{vrac}}}{MVA} \quad [4.4]$$

MV_{vrac} , MVR et MVA sont respectivement la masse volumique de l'empilement dans le moule, la masse volumique réelle des grains et la masse volumique absolue du matériau (les valeurs de ces deux dernières propriétés sont données dans Tab. 2. 8 et Tab. 2. 10 du chapitre 2). Φ_R est contrôlée par les vides intergranulaires. Φ_A prend en compte aussi les vides intragranulaires. Ces compacités sont confinées, c'est-à-dire affectées par l'effet de paroi du moule, qui dépend de la taille du moule et de la taille des grains. Aucune correction n'a toutefois été apportée aux mesures car les essais ont été faits avec les mêmes moules. On

retiendra cependant que l'effet de paroi est moindre pour un granulat fin ; la compacité mesurée est alors plus proche de la compacité en milieu infini.

4.4.1 Mesures sur des empilements de Fuller

La norme NF EN 1744-1 préconise de réaliser l'essai de gonflement à la vapeur sur un granulat respectant la courbe de Fuller. Cette composition granulaire a été réalisée pour les trois LAC, à partir de coupures élémentaires extraites des matériaux bruts, au gré des essais. Ceux-ci ont alors des âges différents. Cette composition a été réalisée aussi sur laitier de vieille production (mélange de coulées) référencé BSO, les coupures élémentaires étant extraites soit des matériaux bruts (BSO₁), soit produites/régénérées par concassage d'éléments plus gros (BSO₂). Une teneur moyenne en CaO libre de 4,5% a été mesurée sur ces derniers matériaux. Par contre, pour BSO₁, les teneurs obtenues sur la fraction fine étaient significativement plus faibles. Une valeur moyenne « à l'origine » de 7,6 % a alors été considérée (c'est la même valeur que pour BS1, qui est aussi un mélange de coulée de la même usine), sachant qu'une teneur en chaux libre équivalente de 3,73% a été calculée par la suite pour ce produit (voir Tab. 4. 6).

Le Tab. 4. 3 donne les paramètres de ces premiers essais, qui ont été répétés deux fois sur des durées différentes (sauf sur les LAC de vieille production). La figure Fig. 4. 6 présente les courbes obtenues, qui montrent que la répétitivité de l'essai est satisfaisante, en particulier si l'on considère les différences de compacité ou d'âge des produits. Ces courbes sont comparables à celles publiées pour d'autres LAC, sur des durées équivalentes ou plus courtes [DA SILVEIRA *et al.*, 2005], [THIAM, 2006]]. On constate aussi que les expansions ne sont pas achevées après 24 heures (1 jour) ni après 168 heures (7 jours), pour les LAC les plus riches en chaux libre notamment (BS3 et BS1). L'expansion déduite de l'essai normalisé n'est donc généralement pas l'expansion maximale. D'ailleurs, d'après le modèle présenté dans le chapitre 3 (relation 3.4), la dégradation des grains n'est que partielle au terme de l'essai normalisé (24 ou 168 heures). Pour BS3 par exemple, le taux de dégradation D_R serait de 16% à 1 jour (24 heures), de 34% à 7 jours (168 heures) et de 41% à 15 jours (336 heures), respectivement.

Production	Fraîche						Vieille	
Produit	BS1		BS2		BS3		BSO ₁	BSO ₂
Essai	1	2	1	2	1	2	1	1
Âge (J) / concassage	464	97	91	147	71	76	1825	1
Mode de compactage	2	1	2	2	2	2	2	2
Φ_R	0,828	0,812	0,825	0,835	0,802	0,786	0,821*	0,820*
Φ_A	0,689	0,675	0,672	0,680	0,651	0,638	0,645*	0,676*
Durée de l'essai (J)	5	11	5	15	8	15	5	9

* valeurs calculées à partir d'une MVR et d'une MVA estimées d'après l'âge des produits

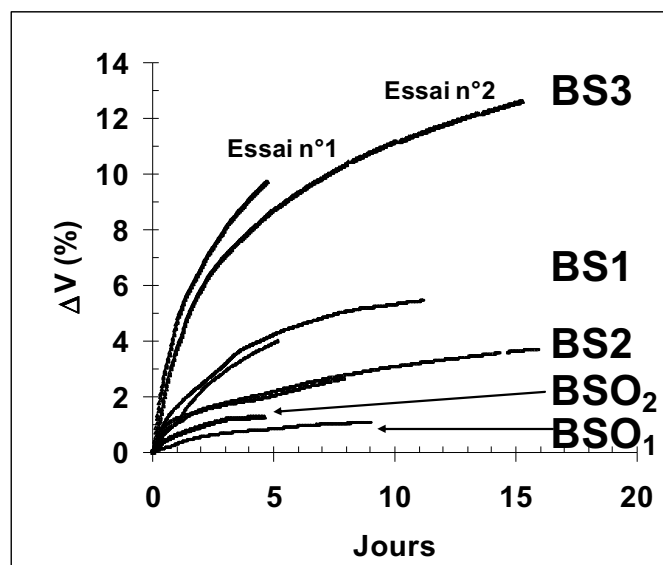
**Tab. 4. 3 : Paramètres des essais d'expansion à la vapeur des trois LAC
Granularité de Fuller**

Les courbes de la Fig. 4. montrent que les expansions perdurent pour tendre vers une valeur finale (à long terme) qui est celle pour laquelle l'empilement a atteint sa hauteur maximale, la dégradation des grains étant alors quasi-achevée et la chaux libre facilement disponible à l'hydratation consommée. Cette valeur peut être déduite de l'extrapolation des expansions enregistrées (ΔV en %), à partir d'un modèle pertinent ajusté à la courbe. La relation exponentielle suivante est souvent proposée dans la littérature ([MOTZ et al. 2001]) :

$$\Delta V = \Delta V_{\infty} (1 - e^{-t/C}) \quad [4.5]$$

avec :

- ΔV_{∞} l'expansion finale à long terme
- t le temps depuis le début de l'essai
- C une constante d'ajustement



**Fig. 4. 6 : Exemples de courbes de gonflement à la vapeur des différents LAC.
Granularité de Fuller**

Cette approche a été appliquée aux courbes des trois LAC, en considérant successivement les mesures enregistrées jusqu'à 1, 2, 7 et 14 jours, et en cherchant à chaque fois les paramètres ΔV_{∞} et C qui minimisent les résidus (écarts) entre expérience et modèle. Les résultats sont présentés dans le Tab. 4. 4 pour les trois LAC (essai n° 2) et sur la Fig 4. a pour BS3 uniquement (les courbes ajustées sont tracées jusqu'à 20 jours). On constate que ce modèle ne suit pas fidèlement les résultats expérimentaux, quelle que soit la durée de l'essai prise en compte. Avec les mesures jusqu'à 24 heures (1 jour), il prédit des expansions bien supérieures à la réalité. Avec celles jusqu'à 2 et 7 jours, il prédit des expansions bien inférieures. Avec celles jusqu'à 14 jours, le modèle s'ajuste mal à la courbe expérimentale, et la valeur de l'expansion finale à long terme est sous-estimée.

Un modèle hyperbolique a été alors testé. Il s'écrit :

$$\Delta V = \frac{a.J}{1 + b.J} \quad [4.6]$$

a et b sont deux coefficients qui caractérisent respectivement la pente à l'origine et l'inflexion de la courbe. Rappelons que lorsque le temps J devient grand, le rapport a/b tend vers une valeur qui désigne l'expansion finale de l'empilement, soit :

$$\Delta V_{\infty} = \frac{a}{b} \quad [4.7]$$

Age (J)	Modèle exponentiel (relation 4.5)						Modèle hyperbolique (relation 4.6)								
	BS1		BS2		BS3		BS1			BS2			BS3		
	ΔV_{∞}	C	ΔV_{∞}	C	ΔV_{∞}	C	a	b	a/b	a	b	a/b	a	b	a/b
1	2,28	1,7	1,08	0,44	31,9	7,82	1,4	0,33	4,1	2,77	1,81	1,53	4,09	0,07	61,4
2	59,1	54,1	1,7	1,04	9,29	1,97	1,1	0,01	125	1,87	0,78	2,40	4,87	0,32	15,3
7	6,09	4,8	2,45	2,24	9,9	2,3	2,0	0,30	6,69	1,43	0,46	3,13	5,13	0,39	13,3
14	6,6	5,5	3,76	5,89	12,1	3,85	2,1	0,30	7,00	1,40	0,28	5,01	4,95	0,33	15,0

Tab. 4. 4 : Paramètres de l'interprétation des courbes d'expansion à la vapeur des trois LAC selon le modèle exponentiel et le modèle hyperbolique. Empilement de Fuller

Ce modèle diverge aussi si la durée de l'essai n'est que de 24 heures (Fig 4. b). Par contre, pour les délais plus longs, il suit plus fidèlement la courbe et conduit à une expansion finale plus vraisemblable. Ce modèle a donc été préféré. Les valeurs de a , b et a/b pour les trois LAC et pour les quatre échéances considérées complètent le Tab. 4. 4.

Quel que soit le modèle retenu, ces données montrent qu'il est préférable de conduire l'essai à la vapeur sur un délai suffisamment long si l'on veut mesurer l'expansion volumique

réelle des LAC. Une durée de 14 jours paraît recommandée, en particulier pour les teneurs en chaux libre élevées (voir Tab. 4. 4). Ce délai est cependant bien supérieur aux 24 ou 168 heures préconisées par la norme (NF EN 1744-1), et il peut paraître rédhibitoire pour le praticien (délai d'attente des résultats, mobilisation du matériel, coût, etc.). Mais les essais montrent bien qu'un délai plus court est généralement insuffisant pour apprécier le potentiel expansif réel des LAC. Le recours à un modèle capable de reproduire la courbe d'expansion de l'essai conventionnel, à partir des propriétés physicochimiques du produit utilisé et des mesures sur les premiers jours de l'essai, trouve alors ici sa justification.

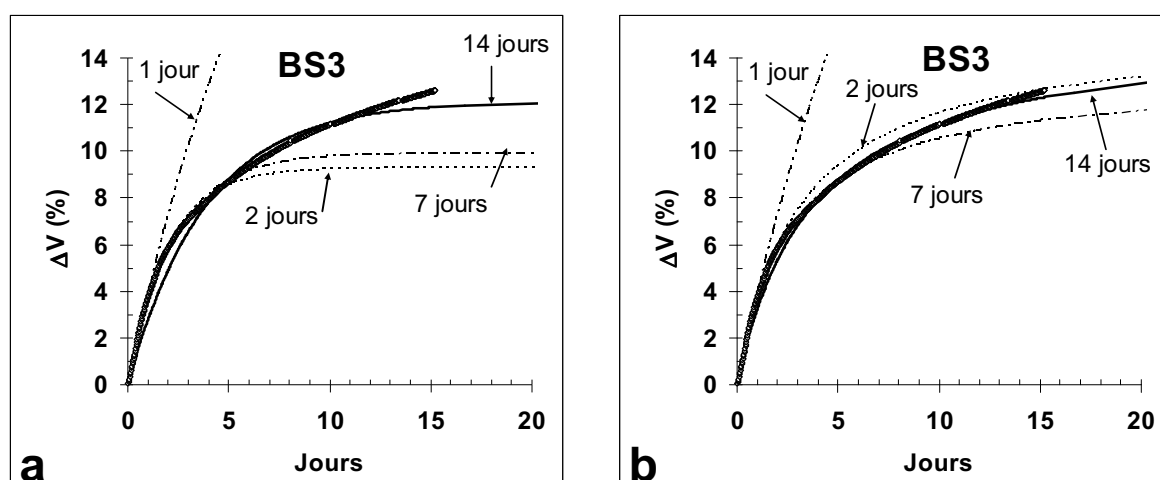


Fig 4. 7 : Modélisation du gonflement de BS3 selon le modèle exponentiel (a) et le modèle hyperbolique (b) Ajustements sur les mesures obtenues à 1, 2, 7 et 14 jours.

Le modèle hyperbolique fournit deux coefficients a et b qu'il est tentant de vouloir rapprocher des propriétés des LAC, afin de modéliser leur comportement à la vapeur. En effet, la vitesse et l'amplitude des expansions dépendent en particulier de la teneur en chaux libre des produits et du volume des vides disponibles entre les grains, voire aussi dans les grains. Le coefficient a serait alors contrôlé principalement par la teneur moyenne en chaux libre et le coefficient b par la compacité du squelette granulaire.

Toutefois, comme précisé précédemment, la teneur moyenne en chaux libre (mesurée avec les difficultés que l'on sait) n'est pas un critère suffisant en soi, car il faut considérer aussi l'accessibilité de la vapeur à cette chaux. La taille des grains joue donc un rôle important, car les grains fins ou cavernaux présentent une bien plus grande surface d'échange que les grains plus gros et compacts. Rappelons cependant que les mesures de dégradation présentées dans le chapitre 3 n'ont pas mis clairement en évidence une relation de ce type (voir § 3.3.2.4). L'âge des LAC ou, du moins, de leur fraction fine au moment de l'essai ou de

leur utilisation, compte aussi car la chaux vive au contact de l'air, à la périphérie des grains, a déjà pu être hydratée et carbonatée. La compacité de l'empilement a également une influence évidente. Enfin, rien n'indique que la chaux libre mesurée ait réagi entièrement au terme de l'essai d'expansion. Il convient donc de rapprocher le coefficient a d'une « teneur en chaux libre équivalente ou CaO_{eq} » contrôlée par la combinaison des paramètres sus cités.

Le coefficient b (et le rapport a/b) dépend aussi de cette teneur en chaux libre équivalente, mais la compacité du mélange joue un rôle important car elle contrôle le volume des vides inter et intra granulaires pouvant accueillir une part des grains dégradés. Les essais montrent en effet qu'à même teneur en chaux libre, les empilements peu compacts conduisent à des expansions significativement plus faibles que les empilements plus compacts.

Pour apprécier le rôle respectif de ces paramètres, d'autres essais ont été réalisés sur des empilements différents en taille, en âge et en compacité.

4.4.2 Mesures sur des empilements de diverses compacités

Ces empilements ont été réalisés en utilisant des fractions granulaires plus ou moins étendues de chacun des trois LAC, couvrant le spectre de la courbe de Fuller. Ils ont donc des tailles moyennes et des compacités différentes. De plus, l'âge des produits par rapport à leur concassage diffère d'un essai à l'autre. Les Fig 4. donnent des exemples des comportements observés. D'une manière générale, lorsque la compacité diminue, le régime de l'expansion volumique change après 10 à 20 heures d'essai (moins d'un jour). La courbe de gonflement devient alors concave ou plate, selon l'empilement testé. Ce phénomène est à attribuer à la colonisation des vides disponibles au sein du granulat par une partie des grains dégradés. Les premières dégradations provoquent la distension « normale » du squelette granulaire, les suivantes ont moins d'effet car les produits fragmentés ou pulvérisés peuvent envahir plus ou moins complètement les vides disponibles, externes et internes aux grains. L'augmentation de volume est alors moindre que dans le cas d'un mélange plus compact.

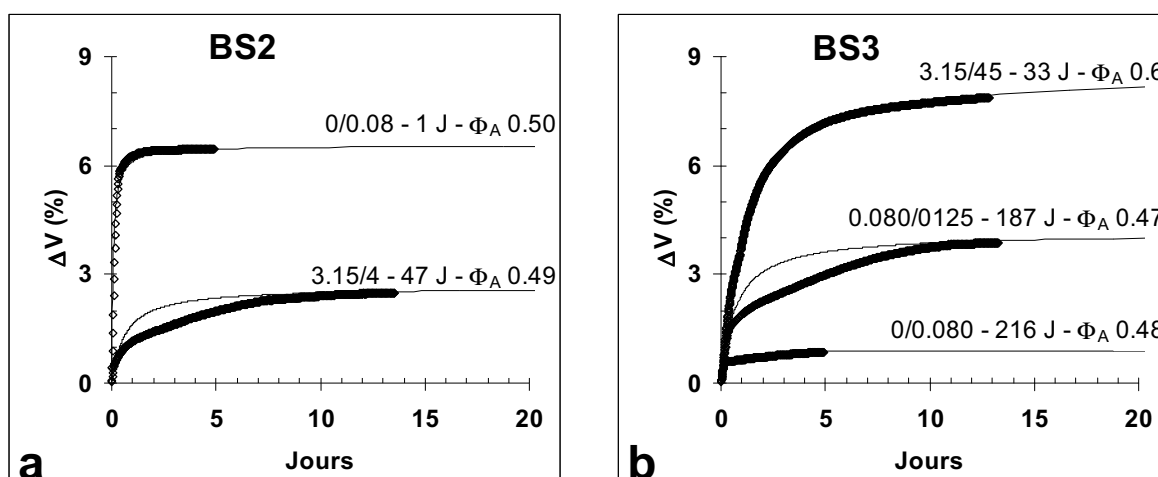


Fig 4. 8 : Exemples d'expansions obtenues sur des empilements de diverses compacités de BS2 (a) et de BS3 (b).

Sur la Fig 4. a, les deux fractions de BS2 ont quasiment la même compacité. L'une (0/0,080) est cependant plus fine et plus fraîche que l'autre (3,15/4). Elle conduit à une expansion bien plus rapide et supérieure en intensité. Sur la Fig 4. b, les deux mêmes coupures de BS3 conduisent à un résultat inverse ; la plus fine (0/0,080) est moins compacte et bien plus âgée ; l'expansion associée est faible et elle se stabilise rapidement. La plus grosse (3,15/4) a la même compacité et le même âge que son équivalente de BS2 (Fig 4. a), mais sa teneur en chaux libre est plus élevée : elle donne une expansion plus importante, mais pas égale toutefois à celle du même BS3 plus compact, de granularité Fuller (Fig 4.). La cinétique de la courbe est différente aussi. Enfin, le BS3 de granularité et d'âge intermédiaires (0,080/0,125), de même compacité que l'échantillon fin, donne une expansion finale intermédiaire. Ces exemples montrent l'influence de la taille, de la compacité et de l'âge des produits sur le phénomène d'expansion à la vapeur des LAC.

Par ailleurs, le modèle hyperbolique ne s'ajuste plus aussi bien que précédemment aux courbes obtenues avec les empilements de plus forte compacité. Il permet cependant d'avoir une représentation qui satisfait à la fois les évolutions initiales et à long terme de l'empilement, au détriment des mesures intermédiaires toutefois (voir Fig 4. a et Fig 4. b).

Les données relatives à ces essais et à leur modélisation sont résumées dans le Tab. 4. 5. Les figures Fig 4. a et Fig 4. b présentent l'évolution des coefficients a et b en fonction de la teneur en chaux libre des LAC. Ces résultats ont servi à construire un modèle plus général décrivant l'expansion des LAC.

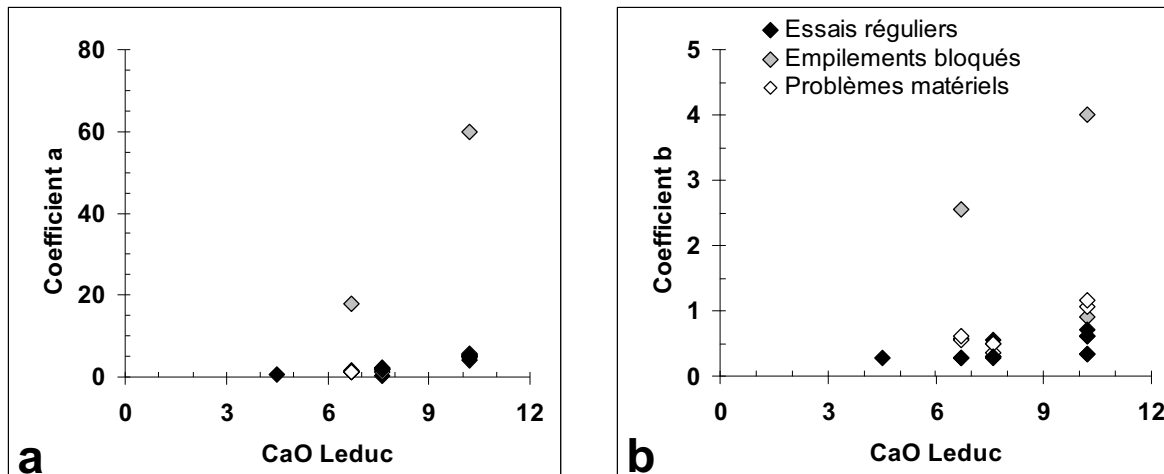


Fig 4. 9 : Évolution des paramètres a et b de la courbe d'expansion en fonction de la teneur en chaux Leduc.

4.4.3 Mesures sur des empilements de granulats de chaux vive

La plage de teneur en chaux libre des LAC utilisés n'étant guère ouverte, d'autres mesures d'expansion ont alors été réalisées avec des granulats de chaux vive. Les « LAC » ainsi réalisés sont répertoriés BSL. Ils ont été obtenus par calcination à 1000°C, pendant 6 heures, de granulats calcaires purs de diverses granularités. Un 0/20 de granularité Fuller, un 4/10 et un 10/12,5 ont ainsi été fabriqués, de façon à avoir des compacités forte, intermédiaire et faible. Ces matériaux étant plus friables que les LAC, ils ont été compactés dans le moule CBR selon le mode 2, avec un temps de vibration de 20 secondes seulement. Durant l'essai, deux hausses ont été ajoutées au moule, pour contenir l'expansion, et un capteur de plus grande amplitude a été utilisé. Une seule surcharge de 4,5 kg a été placée. Les mesures ont été faites à intervalle de 30 secondes. La compacité Φ_R a été calculée à partir de la masse volumique réelle MVR des grains calcaires, réduite du CO_2 « stœchiométrique » dégagé, la volumétrie des grains n'étant pas ou peu affectée par la décarbonatation. Sa valeur est $MVR \approx 1,4 \text{ g/cm}^3$. La compacité Φ_A a été calculée à partir de la masse volumique absolue de la chaux vive, soit $MVA = 3,35 \text{ g/cm}^3$ (voir chapitre 2). Ces valeurs de masses volumiques montrent que les grains de chaux vive ont une porosité intragranulaire très élevée, de l'ordre de 60%. Les paramètres et résultats de ces essais complètent le Tab. 4. 5.

On vérifie une fois encore que la compacité initiale de l'empilement contrôle significativement le régime de l'expansion et l'expansion finale, puisque l'empilement le plus compact atteint un ΔV_∞ (ou a/b) de 160%, c'est-à-dire plus de deux fois celle de l'empilement le moins compact (77%), l'empilement de compacité intermédiaire donnant une expansion

intermédiaire (110%). Ces expansions sont sans commune mesure avec celles des LAC, de teneur en chaux libre bien plus faible toutefois. La compacité absolue finale ($\Phi_{A.CH}$), rapport du volume absolu de chaux hydratée au volume de l'empilement, est quasiment la même dans les trois cas, indiquant ainsi que tous les vides disponibles au sein du granulat, internes et externes aux grains, ont été colonisés par la chaux éteinte micronisée. En d'autres termes, la chaux hydratée atteint la même densité apparente finale, quelle que soit l'empilement de départ. $\Phi_{A.CH}$ est calculée selon la relation suivante :

$$\Phi_{A.CH} = \frac{2\Phi_{A.C}}{1 + \Delta V_{\infty}} \quad [4.8]$$

avec :

- $\Phi_{A.CH}$ la compacité absolue de l'empilement de chaux éteinte
- 2 le rapport volumique entre chaux éteinte et chaux vive (voir chapitre 3)
- $\Phi_{A.C}$ la compacité absolue de l'empilement de chaux vive
- ΔV_{∞} l'expansion finale à long terme

Dans les conditions expérimentales de l'essai, $\Phi_{A.CH}$ vaut 0,29 environ. Ces expériences donnent une bonne illustration des évolutions physiques pouvant apparaître au cours du temps au sein d'un LAC, à un degré moindre cependant. Ils fournissent également des paramètres numériques supplémentaires qui vont permettre de mieux préciser l'évolution des modèles d'expansion, vers les teneurs élevées en chaux libre notamment.

4.5 Modélisation des courbes d'expansion

Cette étape consiste à relier les paramètres du modèle hyperbolique aux propriétés des LAC et de leur empilement à partir des résultats obtenus durant les essais de gonflement. Le but est de disposer d'un outil de prédiction des expansions, pour éviter ou limiter le nombre des essais ou, du moins, pour vérifier la cohérence des résultats obtenus.

Cependant, comme on peut l'observer sur les Fig 4. a et Fig 4. b, l'évolution de ces paramètres avec la teneur en CaO libre, par exemple, ne montre pas a priori de progressivité rationnelle. Ce constat confirme bien que l'âge et la taille des grains de LAC, au moment de l'essai ou au moment de leur utilisation, influent sur la quantité de chaux réellement active, qui diffère de la chaux libre mesurée. La notion de « chaux libre équivalente (CaO_{eq}) » s'avère donc fondée. Toutefois, on ne dispose pas de relations établies permettant d'évaluer

cette quantité. Seule la courbe d'expansion donne une évaluation globale de ses effets, pour une compacité donnée...

L'approche adoptée ici a alors consisté à prétendre que l'activité expansive de la chaux diminuait avec le temps et augmentait avec la finesse des grains (i.e. leur surface spécifique), selon une relation similaire à la relation 2.2 :

$$CaO_{eq} = CaO.e^{(-k_1 j + k_2 SS)} \quad [4.9]$$

avec :

- CaO_{eq} la teneur en chaux libre équivalente
- CaO la teneur en chaux libre mesurée sur une poudre fine ($\leq 40\mu m$) fraîchement broyée, issue de gros grains
- k_1 et k_2 , deux coefficients d'ajustement
- j le nombre de jours séparant la production des granulats (concassage) de l'essai ou de l'utilisation des matériaux
- SS la surface spécifique des grains.

La valeur de cette dernière propriété a été calculée en assimilant les grains à des sphères. Pour une granularité continue, les calculs ont montré que la surface spécifique était généralement proche à celle d'un granulats équivalent monodisperse de diamètre d_{30} , ce qui donne la relation simplifiée suivante :

$$SS \approx \frac{6}{MVA.0.1.d_{30}} \quad [4.10]$$

avec :

- SS la surface spécifique (cm^2/g)
- MVA (g/cm^3) la masse volumique absolue du matériau (la prise en compte de cette propriété, par rapport à la MVR , permet de considérer la porosité intragranulaire)
- d_{30} (mm), la taille pour laquelle le granulats présente 30% de grains de tailles inférieures à cette dimension

D'après l'équation 4.9, un LAC très fin fraîchement broyé pourra avoir une CaO_{eq} supérieure à la teneur mesurée, celle-ci diminuant ensuite rapidement avec le temps, alors

qu'un autre LAC de taille plus élevée et plus vieux pourra avoir une CaO_{eq} proche de la teneur mesurée, celle-ci diminuant ensuite plus lentement avec le temps.

Le recours à cette relation demande cependant de calibrer les deux coefficients d'ajustement k_1 et k_2 , c'est-à-dire de leur attribuer une valeur qui satisfasse l'ensemble des résultats d'essais. Cette calibration a été obtenue à l'issue d'optimisations numériques itératives dont l'objectif a été de relier les paramètres des courbes de gonflement (a , b et a/b) à la teneur en chaux libre équivalente (CaO_{eq}), au travers de modèles paramétriques cohérents. L'écart le plus faible entre prévisions et mesures fournit alors, en première approximation, les valeurs numériques des paramètres de ces modèles et des deux coefficients recherchés.

4.5.1 Evolution de l'expansion maximale en fonction de la compacité

La première étape a consisté à caractériser l'évolution de l'expansion ΔV_{∞} (%), ou a/b , en fonction de la compacité de l'empilement de départ, pour une teneur en chaux libre donnée. Les seules mesures qui satisfassent pleinement ce dernier critère sont celles réalisées avec la chaux vive. En effet, ces LAC particuliers sont parfaitement identiques en nature et tous les essais ont été réalisés à 1 jour d'âge, contrairement aux mesures faites sur les autres LAC. Le modèle obtenu est présenté Fig. 4. 6a, en fonction de la compacité réelle Φ_R . C'est une loi parabolique qui passe par l'origine. Elle s'écrit, en considérant respectivement Φ_R ou Φ_A :

$$(a/b)_R = c_R \Phi_R^2 \quad \text{ou} \quad (a/b)_A = c_A \Phi_A^2 \quad [4.11]$$

avec :

- $(a/b)_R$ et $(a/b)_A$ (%) les expansions maximales réelles ou absolues (i.e. en considérant ou non les vides intragranulaires)
- c_R et c_A les valeurs de a/b à l'origine ($\Phi=1$). Pour la chaux vive, ces coefficients valent respectivement 200 et 1150

Ce modèle convient aussi pour les autres LAC, comme le montrent par exemple les expansions maximales relevées sur les échantillons de BS3 d'âges et de tailles proches, reportées sur la Fig. 4. 6b. Les essais considérés sont les numéros 14, 15, 16, 17 et 18 (voir Tab. 4. 5). La compacité prise en compte dans cette figure est la compacité absolue Φ_A .

Ce modèle permet alors de s'affranchir des variations de compacité entre essais. En effet, il suffit de connaître l'expansion maximale $(a/b)_1$ obtenue avec un empilement de compacité Φ_1 donnée (réelle ou absolue), pour pouvoir estimer l'expansion maximale $(a/b)_2$ qu'aurait atteint un autre empilement du même LAC, de compacité Φ_2 (réelle ou absolue). La relation est :

$$(a/b)_2 = (a/b)_1 \left(\frac{\Phi_2}{\Phi_1} \right)^2 \quad [4.12]$$

Notons que pour une compacité théorique Φ_2 égale à l'unité ($\Phi_2=1$), la relation devient :

$$(a/b)_2 = \frac{(a/b)_1}{\Phi_1^2} \quad [4.13]$$

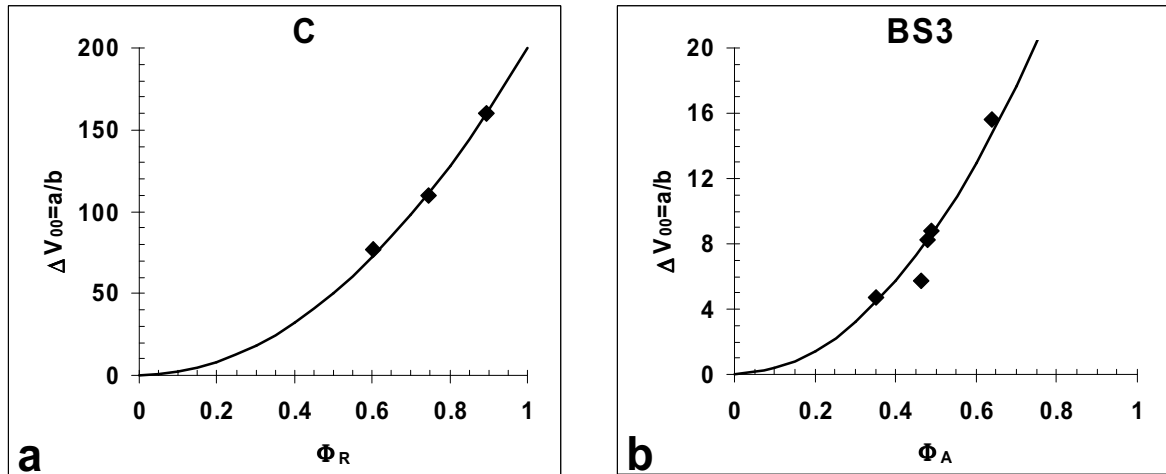


Fig. 4. 6 : Évolution de l'expansion volumique maximale (a/b) en fonction de la compacité réelle Φ_R ou absolue Φ_A . Cas des granulats de chaux vive (a) et de BS3 ayant un âge et des tailles proches (b).

Pour chaque LAC, les expansions maximales mesurées sur les différents empilements ont été extrapolées à la compacité unité, prise comme référence, selon cette dernière relation. Les valeurs sont données dans le tableau Tab. 4. 6 ($(a/b)_{\Phi_R=1}$ et $(a/b)_{\Phi_A=1}$). Elles désignent plus trivialement l'expansion maximale d'un moule rempli initialement et totalement par un (seul) grain poreux de LAC, de masse volumique MVR (sans vide intergranulaire), ou par un (seul) grain compact de LAC, de masse volumique MVA , (sans vides inter et intragranulaire). La comparaison des expansions maximales exprimées par rapport à Φ_R et Φ_A (ou le volume réel ou absolu) montre alors, comme pour les grains de chaux vive, que la porosité intragranulaire influence significativement l'expansion.

4.5.2 Évolution des coefficients a et b en fonction de la teneur en chaux libre équivalente

On compare ici les paramètres des courbes d'expansion issues des différentes coupures d'un même LAC et ayant approximativement le même âge et des granularités voisines (i.e. la même teneur en chaux libre équivalente). On constate alors que la pente à l'origine *a* des courbes d'expansion est quasiment la même, quelle que soit la compacité. Les essais considérés sont les suivants (Tab. 4. 5) :

- pour BS1 ; n° 1, 2, 3, 4 et 5
- pour BS2 ; n° 8, 9 et 10
- pour BS3 ; n° 16, 17 et 18
- pour BSL ; n° 19, 20 et 21.

	Fraction	Référence essai	Âge (J) / concassage	Mode de compactage	Φ_R	Φ_A	a	b	a/b
BS1	0/4	1	69	1	0,746	0,620	<i>2,01</i>	<i>0,60</i>	<i>3,33</i>
	3/4	2	426	2	0,605	0,502	1,40	0,54	2,59
	4/8	3	61	1	0,642	0,533	<i>1,89</i>	<i>0,89</i>	<i>2,11</i>
	8/20	4	51	1	0,641	0,533	<i>1,91</i>	<i>1,11</i>	<i>1,73</i>
	0/20	5	97	1	0,812	0,675	2,10	0,30	7,0
BS2	0/0,080	6	1	2	0,612	0,499	<i>18,0</i>	<i>2,55</i>	<i>7,06</i>
	3/4	7	47	2	0,604	0,492	1,63	0,56	2,91
	10/12,5	8	225	2	0,601	0,490	<i>1,35</i>	<i>1,50</i>	<i>0,90</i>
	16/20	9	231	2	0,568	0,463	<i>1,40</i>	<i>1,60</i>	<i>0,88</i>
	0/20	10	147	2	0,835	0,680	1,40	0,28	5,01
BS3	0/0,080	11	1	2	0,574	0,466	<i>60,0</i>	<i>3,99</i>	<i>15,02</i>
	0/0,080	12	216	2	0,478	0,347	4,99	5,0	0,90
	0,080/0,125	13	187	2	0,432	0,350	<i>5,50</i>	<i>1,30</i>	<i>4,23</i>
	0,125/0,315	14	175	2	0,450	0,351	<i>5,41</i>	<i>1,01</i>	<i>5,4</i>
	3/4	15	33	2	0,601	0,488	5,40	0,60	9,0
	10/12,5	16	201	2	0,570	0,463	4,20	0,70	6,02
	16/20	17	166	2	0,592	0,481	4,70	0,61	7,70
	0/20	18	76	2	0,786	0,638	4,95	0,33	15,02
BSL	10/12,5	19	1	2	0,604	0,252	1905	24,7	77,3
	4/10	20	1	2	0,745	0,311	1945	17,7	110,0
	0/20	21	1	2	0,894	0,374	2000	12,5	159,7
BSO ₁	0/20	22	1825	2	0,821	0,645	0,41	0,28	1,49
BSO ₂	0/20	23	1	2	0,820	0,676	0,70	0,28	2,51

En italique, essais ayant rencontré des avaries matérielles ou un blocage de l'empilement

Tab. 4. 5 : Paramètres des essais d'expansion à la vapeur sur diverses coupures des trois LAC et de granulats de chaux vive.

On admet alors, en première approximation, que a ne dépend que de la teneur en chaux libre équivalente. On peut alors calculer la valeur de b pour tous les empilements ramenés à la même compacité, pour s'affranchir de la variabilité de ce paramètre, à partir de l'expansion maximale $(a/b)_2$ (relation 4.13) calculée précédemment. En prenant pour compacité de référence la compacité unité ($\Phi_R=1$), l'expansion maximale $(a/b)_{\Phi_R=1}$ ou $(a/b)_{\Phi_A=1}$ permet alors de trouver la valeur de $b_{\Phi_R=1}$ et de $b_{\Phi_A=1}$:

$$b_{\Phi_R=1} = \frac{a}{(a/b)_{\Phi_R=1}} \quad \text{et} \quad b_{\Phi_A=1} = \frac{a}{(a/b)_{\Phi_A=1}} \quad [4.14]$$

Les valeurs de $b_{\Phi_R=1}$ et de $b_{\Phi_A=1}$ complètent le Tab. 4. 6.

	Référence essai	d ₃₀ mm	a/b _{ΦR=1}	a/b _{ΦA=1}	b _{ΦR=1}	b _{ΦA=1}	CaO _{equ}	a _{mod}	b _{mod}	a/b _{mod}	δ*
BS1	1	1,0	5,98	8,66	0,33	0,23	7,5	2,25	0,37	6,13	2,8
	2	3,2	7,09	10,27	0,2	0,14	6,4	1,54	0,54	2,86	0,3
	3	5,5	5,13	7,42	0,37	0,26	7,4	2,24	0,50	4,52	2,4
	4	12	4,2	6,08	0,45	0,31	7,5	2,26	0,50	4,53	2,8
	5	2	10,62	15,37	0,20	0,14	7,3	2,17	0,31	7,0	0
BS2	6	0,008	18,82	28,37	0,96	0,63	17,2	20,0	0,93	21,43	14,4
	7	3,2	7,97	12,01	0,20	0,14	6,6	1,64	0,54	3,01	0,1
	8	11	2,49	3,75	0,54	0,36	6,1	1,36	0,54	2,51	1,6
	9	18	2,71	4,08	0,52	0,34	6,1	1,35	0,61	2,23	1,4
	10	2	7,17	10,81	0,20	0,13	6,3	1,48	0,28	5,24	0,2
BS3	11	0,008	45,56	69,11	1,32	0,87	26,2	59,89	1,90	31,46	16,5
	12	0,020	24,36	46,02	0,21	0,11	13,7	11,11	1,23	9,01	3,5
	13	0,09	18,90	34,45	0,29	0,16	10,3	5,27	1,04	5,07	0,8
	14	0,13	26,69	43,82	0,20	0,12	10,1	5,02	1,14	4,41	1
	15	3,5	24,95	37,85	0,22	0,14	10,1	4,97	0,64	7,80	1,2
	16	11	18,53	28,12	0,23	0,15	9,4	4,17	0,67	6,08	0,1
	17	18	22,00	33,36	0,21	0,14	9,6	4,32	0,64	6,76	0,9
	18	2	24,30	36,86	0,20	0,13	9,9	4,78	0,37	12,93	2,1
BSL	21	2	200,0	1145,3	10,0	1,75	100	1996	12,50	160,0	0
BSO ₁	22	2	2,21	3,58	0,19	0,11	3,73	0,37	0,27	1,35	0,1
BSO ₂	23	2	3,72	5,48	0,19	0,13	4,5	0,61	0,28	2,18	0,3

$$^* \delta = |a/b_{mod} - a/b|$$

Tab. 4. 6 : Paramètres du traitement de données.

Dans ces conditions d'isocompacité, les valeurs de a et de $b_{\Phi_R=1}$ ou $b_{\Phi_A=1}$ ne dépendent plus que de CaO_{eq} . Par optimisation numérique, il devient alors possible de proposer des coefficients k_1 et k_2 qui satisfassent au mieux les résultats expérimentaux, c'est-à-dire pour

lesquels les coefficients a et $b_{\Phi R=1}$ (ou $b_{\Phi A=1}$) s'ajustent chacun à une loi fonction de CaO_{eq} . Les modèles proposés sont des lois de puissance qui s'adaptent bien aux évolutions observées. Pour a , la courbe passe par l'origine puisque des granulats dépourvus de chaux sont insensibles à la vapeur, a priori. Pour b , la courbe ne passe pas par l'origine puisque l'expansion atteint toujours une valeur finie. Les relations proposées s'écrivent :

$$a = p_a CaO_{eq}^{q_a} \quad \text{et} \quad b_{\Phi R=1} = r_b + p_b CaO_{eq}^{q_b} \dots \text{soit}$$

$$a = p_a (CaO.e^{(-k_1 J + k_2 SS)})^{q_a} \quad \text{et} \quad b_{\Phi R=1} = r_b + p_b (CaO.e^{(-k_1 J + k_2 SS)})^{q_b} \quad [4.15]$$

Pour calibrer les paramètres de ces relations, les essais réalisés avec les empilements de Fuller ont tout d'abord été considérés, puisqu'ils ont approximativement la même compacité, une même surface spécifique plutôt faible (i.e. k_2 a été pris égal à 0 ici), mais des âges différents. Les valeurs des paramètres p_a , q_a , p_b , q_b , r_b et k_1 qui conduisent à l'écart minimum entre modèles et mesures, pour a et $b_{\Phi R=1}$ à la fois, sont données dans le Tab. 4. 7. Les courbes obtenues sont présentées Fig. 4. 7a et Fig. 4. 7b

$a = p_a CaO_{eq}^{q_a}$		$b_{\Phi R=1} = r_b + p_b CaO_{eq}^{q_b}$			$CaO_{eq} = CaO.e^{(-k_1 J + k_2 SS)}$	
p_a	q_a	p_b	q_b	r_b	k_1	k_2
0,0119	2,61	0,000245	2,30	0,18	0,000392	0,00048

Tab. 4. 7 : Paramètres des fonctions d'ajustement.

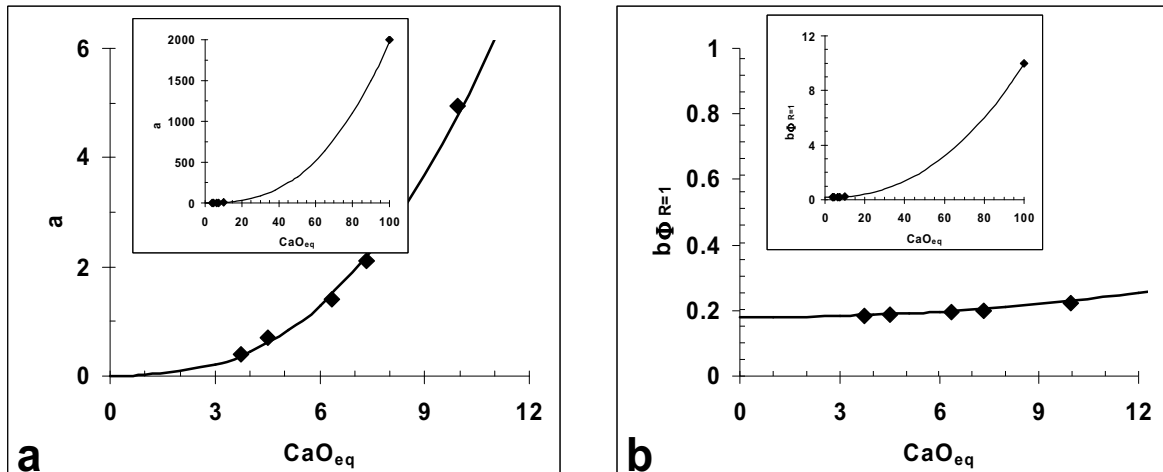


Fig. 4. 7 : Évolution des paramètres a (a) et $b_{\Phi R=1}$ (b) pour les empilements de Fuller des différents LAC, en fonction de la teneur en chaux libre équivalente (CaO_{eq}).

L'ensemble des mesures d'expansion a ensuite été considéré pour valider les paramètres précédents et calibrer le paramètre k_2 associé à la taille/surface spécifique des grains. Les

courbes correspondantes sont données Fig.4. 8a et Fig.4. 8b et la valeur de k_2 complète le Tab. 4. 7. Les teneurs en chaux libre équivalente obtenues complètent le Tab. 4. 6.

On constate dans ce tableau que pour les empilements particulièrement fins et fraîchement broyés, la teneur en chaux libre équivalente atteint une valeur bien supérieure à celle de la chaux libre mesurée (26% pour BS3 par exemple, CaO Leduc=10,2 %). Rappelons toutefois que ces empilements ont présenté, malgré leur faible compacité, une expansion bien plus rapide et conséquente que celle des empilements de Fuller. La chaux libre est donc plus facilement atteinte par la vapeur et sa réactivité est exacerbée. Les empilements de Fuller sont constitués, quant à eux, d'un volume majoritaire de gros grains et les essais ont été réalisés sur des produits plus âgés. La chaux libre est donc moins facilement accessible et les grains fins ont déjà évolué.

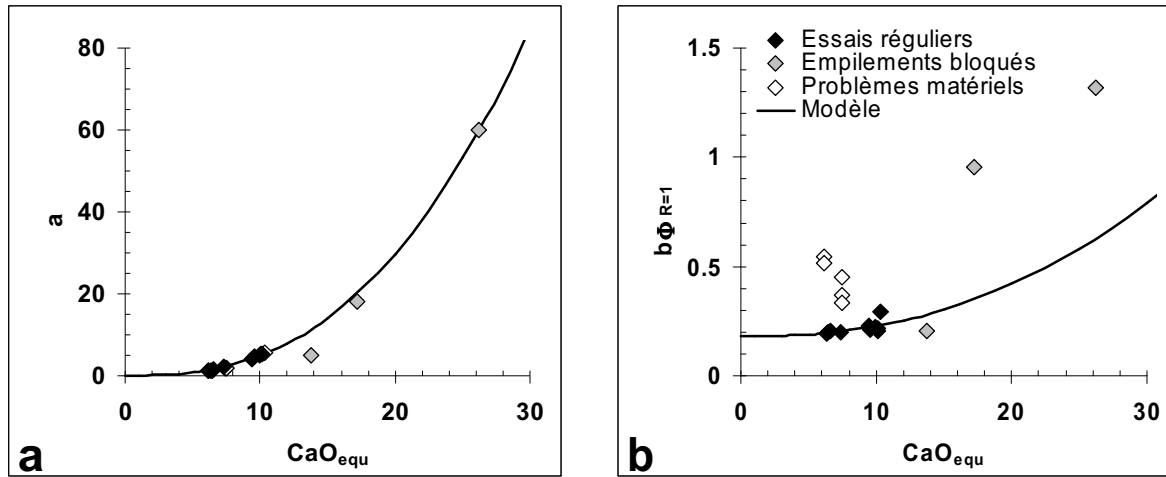


Fig.4. 8 : Évolution des paramètres a (a) et $b_{\Phi_R=1}$ (b) pour tous les empilements de différents LAC, en fonction de la teneur en chaux libre équivalente (CaO_{eq}).

Dès lors, connaissant la teneur en chaux libre Leduc (CaO) mesurée sur la fraction fine ($\leq 40 \mu m$) issue du broyage de gros grains, la granulométrie ou le d_{30} des grains, l'âge j (jours) des produits depuis leur concassage et la compacité réelle Φ_R de l'empilement, la prédiction des paramètres de la courbe d'expansion (a_{mod} , b_{mod} et $(a/b)_{mod}$) est alors obtenue à partir des relations suivantes :

$$a_{mod} = p_a \left(CaO \cdot e^{(-k_1 J + k_2 SS)} \right)^{q_a}, \quad b_{mod} = \frac{r_b + p_b \left(CaO \cdot e^{(-k_1 J + k_2 SS)} \right)^{q_b}}{\Phi_R^2} \quad \text{et} \quad [4.16]$$

$$(a/b)_{mod} = \frac{a_{mod}}{b_{mod}}$$

Ces paramètres ont été calculés pour les différents essais réalisés. Les valeurs sont données dans le Tab. 4. 6, avec les différences absolues (δ) entre mesures et modèle. On constate que les modèles proposés sont pertinents pour les empilements de Fuller, mais pas pour toutes les autres combinaisons granulométriques. Cependant, dans le détail, on s'aperçoit que les valeurs divergentes correspondent soit à des essais ayant rencontré les problèmes matériels évoqués précédemment, qui ont perturbé l'évolution de la courbe d'expansion – essais n° 1, 3, 4, 8 et 9 –, soit à ceux qui ont subi une consolidation importante. C'est le cas des mélanges fins (essais n° 6, 11 et 12), pour lesquels la courbe se stabilise brusquement. Dans les différents cas, la pente à l'origine (a) est bien estimée (Fig.4. 8a), mais pas le paramètre b qui est sous-évalué par le modèle associé (Fig.4. 8b). L'expansion prédite est alors plus forte qu'en réalité. La Fig. 4. 9 présente la précision de ce modèle. En valeurs numériques (Tab. 4. 6), pour l'ensemble des essais, la moyenne des différences absolues entre expansions mesurées et prédites est de 2,3 points, soit une précision relative moyenne de 50 % environ. Ce résultat est médiocre. Toutefois, si l'on ne retient pour ce traitement que les essais « réguliers », la moyenne des différences absolues tombe à 0,6 point, soit une précision relative de 7,2 %. Celle-ci peut être jugée satisfaisante puisqu'elle concerne à la fois la variété des produits et des compacités testés.

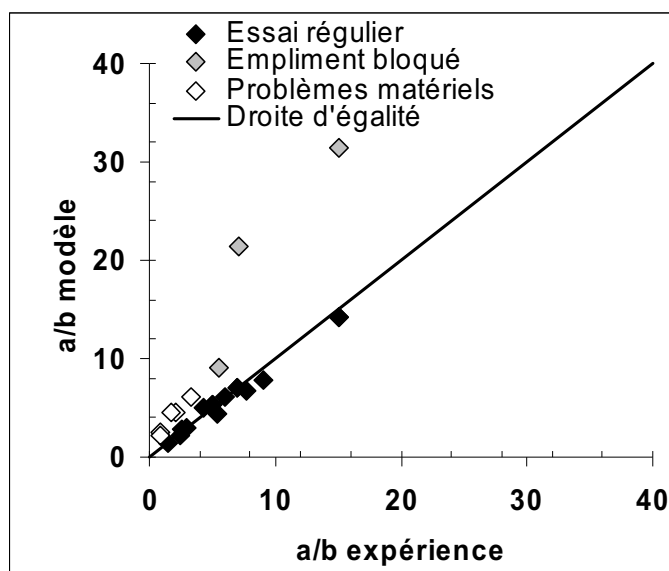


Fig. 4. 9 : Précision du modèle.

Précisons par ailleurs que les consolidations constatées sur les produits fins sont dues à l'hydratation du C_2S , comme l'ont bien montrées les analyses par microscopie électronique à balayage réalisées sur les produits récupérés à l'issue des essais et présentées sur la Fig. 4. 10

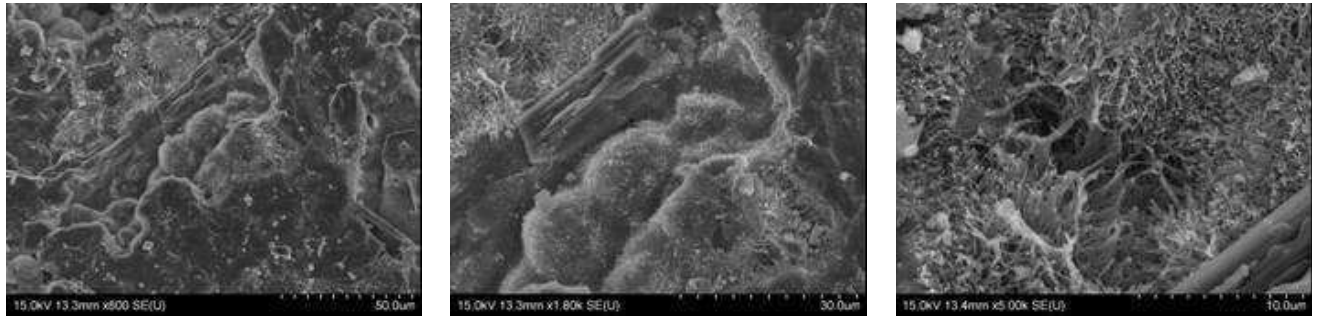


Fig. 4. 10 : Micrographies MEB du laitier BS2 après l'essai à la vapeur

Ces micrographies montrent bien une hydratation avancée du laitier avec l'apparition de gel qui recouvre toute la surface des grains et la présence de plaquette de Portlandite, due à la réaction de la chaux vive et de C_2S . Ces phénomènes avaient déjà été observés et reportés dans le chapitre 3, pour les grains les plus fins de laitiers placés sous eau.

Ces analyses laissent présager une compensation bénéfique des pertes des propriétés mécaniques dues à l'évolution granulométrique des matériaux, dans les mélanges de type GNT contenant des LAC, notamment.

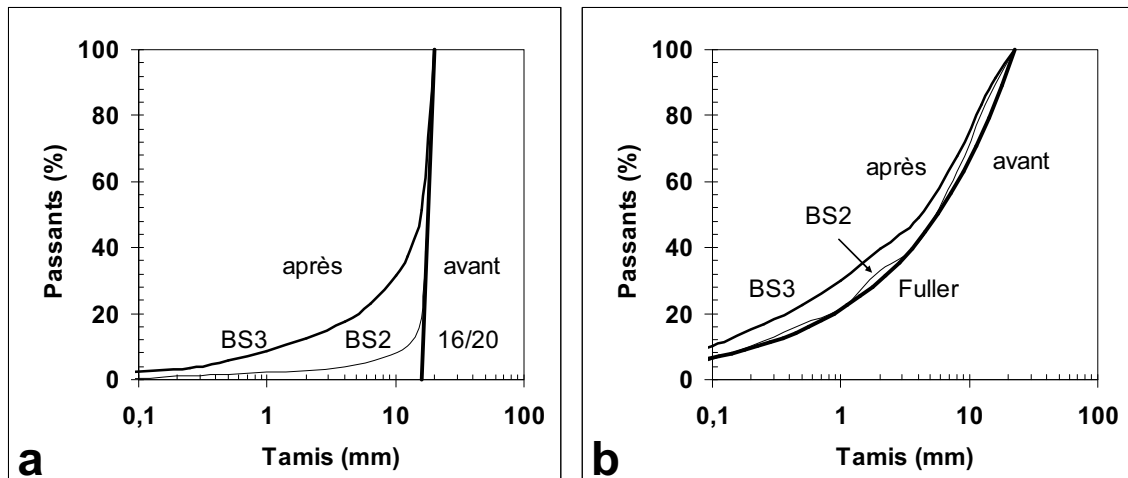


Fig. 4. 11 : Pour BS2 et BS3, granularité des matériaux avant et après essai. (a) coupure 16/20, (b) empilements de Fuller.

A ce titre, les Fig. 4. 11a et Fig. 4. 11b présentent les granularités obtenues à l'issue de l'essai d'expansion à la vapeur sur la coupure 16/20 et sur l'empilement de Fuller, pour BS2 et BS3 respectivement. On observe, Fig. 4. 11a, que la dégradation des grains est conséquente dans le cas du granulat monodisperse, notamment si le LAC est riche en chaux libre (BS3). On retrouve ici les résultats déjà observés dans les expériences réalisées précédemment (chapitre 3). La forte porosité intergranulaire de l'empilement permet d'accueillir les

fragments plus petits, qui restent individualisés pour l'essentiel. Par contre, pour les empilements de Fuller plus compacts (Fig. 4. 11b), on constate que la réduction granulométrique est moins prononcée, laissant présager une certaine « cimentation » des grains détruits, les plus fins en particulier. On obtient d'ailleurs à l'issue de l'essai, pour ces mélanges, une consolidation non négligeable de l'empilement, due vraisemblablement à l'hydratation de la phase silico-calcaïque. Cette consolidation est toutefois moins prononcée que pour les empilements de grains fins fraîchement broyés, pour lesquels les échantillons avaient atteint une cohésion/résistance réellement significative.

4.6 Conclusions

Les essais d'expansion à la vapeur réalisés avec le moule CBR sur les différents empilements de LAC utilisés dans cette étude ont permis de proposer une loi hyperbolique qui satisfait plutôt bien la courbe expérimentale obtenue. Les paramètres de cette loi ont pu être reliés à la compacité de l'empilement et à la « teneur en chaux libre équivalente » du produit. Ce terme exprime la réactivité effective à la vapeur d'un LAC, selon sa teneur en chaux libre moyenne (à l'état frais), son âge et la finesse de ses grains.

Le calibrage des paramètres du calcul de la teneur en chaux libre équivalente découle cependant d'une optimisation globale sur l'ensemble des résultats de ces travaux, y compris ceux sur des empilements de grains de chaux vive. Il serait donc utile de confirmer ces valeurs par des essais plus spécifiques, restreints aux variables considérées.

Ce calibrage a demandé la modélisation de la courbe d'expansion, i.e. de relier les paramètres de l'hyperbole aux propriétés des LAC et de leur empilement. Cette approche ne se substitue pas à l'essai conventionnel, mais elle permet toutefois d'en suivre l'évolution et d'en vérifier la validité. Elle va permettre aussi de prévoir l'expansion d'un empilement de LAC placé dans un environnement humide à une température différente de l'essai à la vapeur, grâce au couplage de ce modèle avec celui de dégradation proposé dans le chapitre 3. Cet aspect de la valorisation des LAC est abordé dans le chapitre suivant.

**Chapitre 5 : Modélisation de l'expansion d'un
mélange quelconque du LAC et des
granulats inertes**

5.1 Introduction

Les chapitres 3 et 4 ont proposé deux modèles décrivant le comportement des laitiers d'aciérie de conversion placés en environnement humide. Le premier concerne la quantification des dégradations observées dans le temps, en relation avec la teneur moyenne en chaux libre et la température environnante. Le second s'intéresse au paramétrage de la courbe associée à l'essai de stabilité à la vapeur, en fonction de la compacité de l'empilement granulaire et de la teneur en chaux libre équivalente du matériau. Cette dernière propriété désigne une quantité de chaux réellement active durant l'essai, selon l'âge et la taille du produit.

Il s'agit maintenant de tenter de relier entre eux ces deux modèles afin de prédire l'expansion dans le temps d'un LAC pur de granulométrie et de compacité quelconque, puis celle d'un mélange quelconque de LAC et de granulats inertes placés dans un environnement donné. Le but est de désigner les mélanges les plus propices (proportions, granularités, etc.) à l'utilisation des LAC en techniques routières, présentant une expansion maîtrisée fonction notamment de l'origine, de l'âge des matériaux et de la destination finale du produit élaboré.

La prédiction de l'expansion de mélanges granulaires contenant des LAC a déjà été réalisée par modélisation. Rayssac par exemple [RAYSSAC *et al.*, 2008] utilisent le logiciel

RENE-LCPC [SEDRAN *et al*, 1994] pour calculer la compacité avant et après l'essai à la vapeur, et déduire ainsi l'expansion finale de l'empilement.

Rappelons que RENE-LCPC utilise le Modèle d'Empilement Compressible ou MEC [DE LARRARD, 2000], présenté brièvement au chapitre 2, relation 2.9.

Dans les travaux cités, les matériaux utilisés sont un LAC 0/10 et un gravillon 10/20 inerte (calcaire et LHF), mélangés en proportions variables comprises entre 0 et 100%. Le LAC contient 10% de chaux libre environ. Des mesures de compacité réalisées sur des fractions réduites de chacun des matériaux ont permis de calibrer tout d'abord les compacités élémentaires β_i , en particulier celles du LAC avant et après maturation à la vapeur durant une semaine. L'expansion volumique théorique a été estimée ensuite par comparaison de la compacité des mélanges calculée avant et après expansion, avec les propriétés du LAC frais puis du LAC mûré, en tenant compte de la masse volumique réelle des deux produits. Enfin, des mélanges expérimentaux ont été soumis à l'essai d'expansion à la vapeur [EN. 1998]. Les résultats montrent que les prédictions du modèle sont pertinentes tant que la quantité de LAC 0/10 reste en deçà du taux qui confère la compacité maximale au mélange (50% environ de chaque matériau). Au delà, l'expansion est surestimée par le modèle, le décalage étant attribué à une moindre accessibilité de la vapeur à la chaux libre.

Nos essais ont montré que l'expansion dépendait étroitement aussi de la compacité de l'empilement, les moins compacts conduisant à une expansion finale plus faible, à teneur en chaux libre égale (voir chapitre 4). Dans le cas présent, les mélanges riches en LAC 0/10 sont plus poreux que le mélange de compacité maximale, et plus réactifs que les mélanges riches en gravillon 10/20 inerte. Les grains dégradés peuvent alors coloniser plus facilement les vides intergranulaires et limiter ainsi l'expansion finale...

L'approche proposée n'a pas pris en compte cette évolution physique de l'empilement. Mais ces travaux montrent toutefois que le MEC constitue un outil particulièrement bien adapté au calcul de la compacité de ce type de mélange, et de leur expansion. Il permet en effet de calculer la compacité au début (Φ) et au terme du processus (Φ_∞), voire à chaque stade de son évolution (Φ_t), et d'en déduire l'expansion finale (ΔV_∞) ou dans le temps (ΔV_t), selon les relations suivantes :

$$\Delta V_\infty = 100 \left(\frac{\Phi}{\Phi_\infty} - 1 \right) \quad \text{et} \quad \Delta V_t = 100 \left(\frac{\Phi}{\Phi_t} - 1 \right) \quad [5.1]$$

Dans cette approche, on admet que chaque grain de LAC dégradé, inséré dans l'empilement compact, conserve a priori son intégrité physique apparente, les éléments dissociés restant « bloqués » dans le périmètre initial du grain. La chaux en s'hydratant provoque une dilatation « in situ » des grains, phénomène qui modifie leur compacité virtuelle initiale β_i . Une dégradation des grains correspond alors à une diminution de β_i . On considère dans ce cas que la granularité apparente y_i reste quasi-inchangée, l'expansion volumique n'engendrant qu'une faible variation de la grosseur d_i des grains, de « poids » négligeable dans le calcul de Φ selon la relation 2.9 du chapitre 2. De même, on admet que la masse volumique réelle reste la même entre grains initiaux et fragments individualisés, par référence aux essais réalisés sur ces matériaux en fonction de la taille (voir chapitre 2.5.2). Enfin, on considère que l'indice de serrage K reste constant, puisque l'empilement ne subit aucun remaniement ni nouveau compactage. Par contre, lorsque la porosité intergranulaire est conséquente (faible compacité initiale), une partie des grains peut quitter ce volume apparent et la diminution de β_i doit être modulée pour tenir compte de ce phénomène.

Les mesures réalisées dans le cadre de ce travail ont été utilisées et interprétées selon ces concepts pour pouvoir proposer une relation entre la compacité virtuelle β_i des grains de LAC et leur degré de dégradation D_R . Le but est de pouvoir prévoir avec le MEC l'expansion d'un empilement quelconque de grain contenant des LAC, quelles que soient les proportions, les granularités, les conditions de mise en œuvre, la température, etc.

Ce chapitre présente tout d'abord les étapes ayant permis d'établir cette relation. Il décrit ensuite les mesures d'expansion réalisées sur une variété de GNT (Grave Non Traitée) contenant des taux variables de LAC, selon diverses granularités. Ces essais ont permis d'apprécier l'intérêt de ces mélanges pour contrôler l'expansion de ce type de produit. Ils ont fournis aussi un ensemble de données qui ont été confrontées aux prévisions du modèle de formulation proposé

5.2 Relations entre le degré de dégradation et l'expansion volumique à la vapeur.

Rappelons que ces deux phénomènes ont été modélisés précédemment à partir des essais réalisés sur les différents LAC à disposition (voir chapitres 3 et 4). Les modèles obtenus correspondent à la relation 3.4 pour le taux de dégradation D_R et aux relations 4.6 et 4.16 pour l'expansion volumique ΔV .

En considérant la température de l'essai d'expansion à la vapeur, soit $T=100^{\circ}\text{C}$, il est possible alors de rapprocher le degré de dégradation D_R de l'expansion ΔV en fonction du temps J , pour différentes teneurs en chaux équivalentes (CaO_{eq}) et différentes compacités réelles. La Fig. 5. 1a présente le résultat des calculs lorsque CaO_{eq} évolue de 4 à 12%, à Φ_R constante égale à 0,8. La figure Fig. 5. 1b présente les évolutions lorsque Φ_R passe de 0,5 à 0,9, à CaO_{eq} constante égale à 10%.

A Φ_R constante, on constate que l'expansion volumique suit relativement bien la même évolution quasi-linéaire, quelle que soit la teneur en chaux, jusqu'à une stabilisation rapide fonction de la teneur en chaux.

A CaO_{eq} constante, la pente et la valeur finale de l'expansion dépendent de la compacité Φ_R .

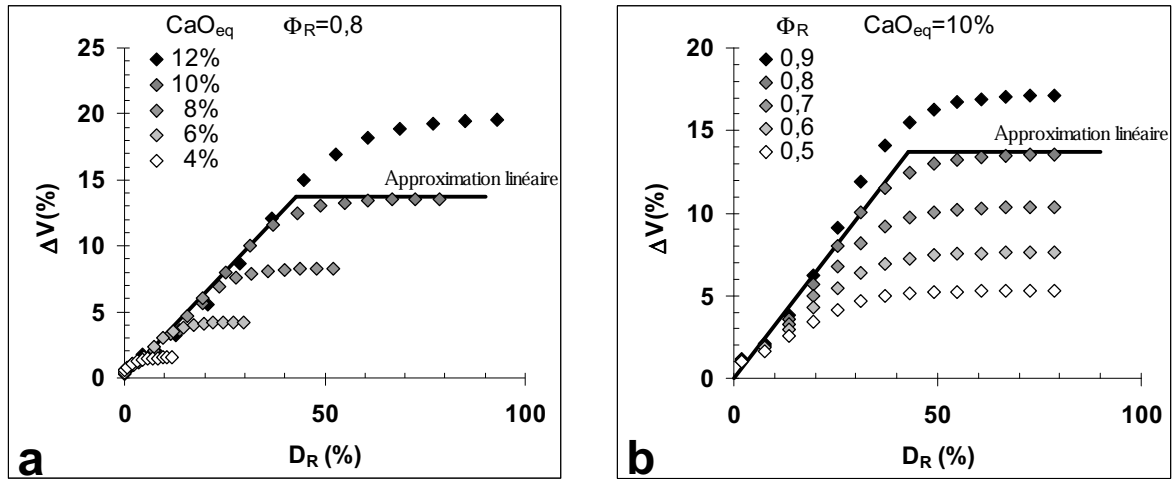


Fig. 5. 1: Relation entre le degré de dégradation D_R (%) et l'expansion volumique (ΔV %), pour une température de 100°C . a) à Φ_R constante et CaO_{eq} variable. b) à CaO_{eq} constante et Φ_R variable.
Approximation linéaire de la relation

Ces évolutions traduisent les comportements attendus. En première approximation et par souci de simplification, elles ont été assimilées à deux droites reliées par un point de brisure (voir Fig. 5. 1a et Fig. 5. 1b) :

- la première correspond à la partie quasi-linéaire de la courbe. Elle passe par l'origine et sa pente p_c dépend de la compacité (Fig. 5. 1b). En rapprochant p_c de Φ_R , on obtient :

$$p_c = 0,44\Phi_R^{1,41} \quad [5.2]$$

- la seconde correspond à la partie quasi-stabilisée de la courbe. C'est une droite horizontale d'ordonnée ΔV_{∞} fonction de la teneur en chaux libre équivalente et de

la compacité (Fig. 5. 1a). En rapprochant ΔV_∞ (ou a/b) de Φ_R et de CaO_{eq} , on obtient :

$$\frac{a}{b} = (0,1\Phi_R^2)CaO_{eq}^{2,34} \quad [5.3]$$

Dès lors, connaissant le degré de dégradation D_R , il est possible d'estimer l'expansion volumique $\Delta V_{t,\infty}$ d'un empilement de LAC de compacité et de teneur en chaux quelconque selon la relation :

$$\Delta V_{t,\infty} (\%) = Min \left[p_c \cdot D_R ; \frac{a}{b} \right] \quad [5.4]$$

5.3 Modélisation de l'expansion d'un LAC pur avec le MEC

L'utilisation du MEC pour prédire l'expansion d'un LAC pur nécessite d'établir une relation entre le degré de dégradation D_R des grains et l'évolution de leur compacité virtuelle β_i . On appellera $\beta_{i,t}$ les compacités virtuelles des grains dégradés au cours du processus.

Les mesures physiques réalisées sur les différents LAC utilisés dans cette étude, présentées dans le chapitre 2, ont permis de déterminer leur masse volumique réelle et leur compacité Φ_R à l'état frais. Celle-ci a été mesurée pour différentes coupures selon un mode de mise en place caractérisé par un indice de serrage $K=9$ (échantillon comprimé dans un cylindre sous vibration). Les compacités virtuelles β_i déduites de ces mesures suivent assez bien une relation semi-logarithmique fonction de la taille d_i des grains (Rel. 2.9- chapitre2).

Signalons que l'on peut aussi approcher β_i à partir de la compacité réelle Φ_R de l'échantillon comprimé et vibré dans le moule CBR utilisé pour réaliser l'essai d'expansion à la vapeur (voir chapitre 4), puisque la granularité du mélange et l'indice de serrage sont connus ($K=9$). Dans ce cas, il est habituel de considérer une valeur uniforme de β_i , indépendante de la taille d_i , sachant que la prévision du MEC reste comparable à celle de l'approche précédente [DE LARRARD, 2003]. On considère aussi les dimensions de l'empilement dans le moule CBR (diamètre 152 mm, hauteur 127 mm en général), pour prendre en compte l'effet du confinement ([DE LARRARD, 2000], [BEN-AiM, 1970]).

Connaissant alors β_i (rappel : β_i est calculée avec le MEC), l'étape suivante consiste à calculer la compacité Φ_m d'un empilement monogranulaire de grains de LAC frais, selon la relation 2.9 du chapitre 2 écrite pour une seule taille de grain :

$$K = \frac{1}{\frac{\beta_i}{\Phi_m} - 1} \quad \text{soit} \quad \Phi_m = \frac{\beta_i}{\frac{1}{K} + 1} \quad [5.5]$$

Si l'on considère une évolution semi-logarithmique pour β_i (relation 2.10 du chapitre 2), Φ_m varie avec la taille (translation verticale de la droite de pente 0,02, dans le repère semi-logarithmique). Dans le cas contraire, Φ_m est constante quelle que soit la taille.

L'évolution de cette compacité, durant ou au terme de l'expansion, appelée $\Phi_{m,t}$, est calculée selon la relation 5.1, soit :

$$\Phi_{m,t} = \frac{\Phi_m}{1 + \Delta V_{m,t}} \quad [5.6]$$

où $\Delta V_{m,t}$ est l'expansion théorique de l'empilement considéré, déduite de la relation 5.4 où intervient la degré de dégradation D_R et la compacité réelle Φ_R de cet l'empilement, soit :

$$\Delta V_{m,t} = \text{Min} \left[0,44 \Phi_R^{1,41} \cdot D_R; (0,1 \Phi_R^2) CaO_{eq}^{2,34} \right] \quad [5.7]$$

Le fait de considérer Φ_R , et non pas de Φ_m , permet *a priori* de tenir compte de l'effet du confinement des grains dans l'augmentation de volume de l'empilement. Rappelons que la dégradation d'un grain a un effet plus marqué dans un empilement polydisperse que dans un empilement monodisperse.

La compacité virtuelle des grains dégradés est alors calculée selon la relation suivante :

$$\beta_{i,t} = \Phi_{m,t} \left(\frac{1}{K} + 1 \right) \quad [5.8]$$

Notons que pour un indice de serrage K constant, le calcul de $\Phi_{m,t}$, est inutile car β_i est directement reliée à $\beta_{i,t}$ selon la relation :

$$\beta_{i,t} = \frac{\beta_i}{1 + \frac{\Delta V_{m,t}}{100}} \quad [5.9]$$

Connaissant $\beta_{i,t}$, le MEC permet alors de calculer la compacité $\Phi_{t,\infty}$ d'un granulat de LAC de granularité quelconque, pour une mode de mise en place caractérisé par un indice de

serrage K approprié (relation 2.9 du chapitre 2) et, consécutivement, l'expansion prévisionnelle $\Delta V_{t,\infty}$ de cet empilement, selon la relation 5.1.

Toutefois, pour les empilements polydisperses, on constate expérimentalement qu'il se produit un "effet dilatant" supplémentaire, non pris en compte à ce stade par $\beta_{i,t}$ telle que calculée selon la relation 5.9. Cet effet est attribué aux interactions tridimensionnelles réciproques liées à l'expansion individuelle des grains au sein du mélange. $\Delta V_{m,t}$ a alors être pondérée par un terme supplémentaire d'autant plus grand que la compacité de l'empilement polydisperse s'éloigne de la compacité monodisperse. Empiriquement, un terme correctif égal au rapport Φ_R/Φ_m donne satisfaction. Plus simplement, la valeur constante $\Phi_m=0,6$ peut aussi être retenue (compacité monodisperse de la plupart des empilements serrés de grains naturels). La relation 5.7 s'écrit alors :

$$\Delta V_{m,t} = \text{Min} \left[0,44 \Phi_R^{1,41} \cdot D_R; (0,1 \Phi_R^2) \cdot CaO_{eq}^{2,34} \right] \frac{\Phi_R}{\Phi_m} \quad [5.10]$$

La Fig. 5. 2 compare l'expansion déduite du degré de dégradation à celle mesurée durant l'essai d'expansion à la vapeur, pour trois types d'empilements de LAC purs. Le Tab. 5. 1 donne le détail des calculs pour BS3 – 0/20. Pour les dix essais d'expansions déclarés réguliers (voir chapitre 4), les deux courbes coïncident toujours de façon satisfaisante, constituant ainsi une première validation de l'approche proposée.

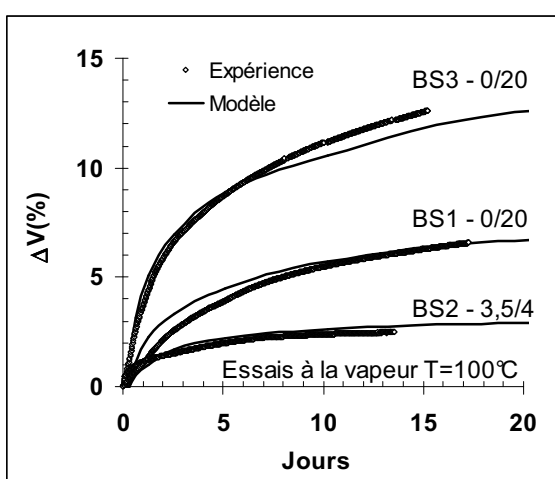


Fig. 5. 2 : Pour différents empilements de LAC purs, comparaison des expansions volumiques expérimentales et calculées avec le MEC à partir du degré de dégradation D_R . Température de 100°C.

d30	Age j	MVA	CaO	CaOeq	Φ_R
2	76	3,77	10,2	9,94	0,786
SS	T	K	β_i	Φ_M	a/b
7,96	100°C	9	0,616	0,554	12,92

J	D_R	ΔV_m	$\beta_{i,t}$	Φ_{m-t}	ΔV_t
0,16	0	0	0,616	0,785	0,13
0,32	3,8	1,56	0,607	0,776	1,29
0,64	9,6	3,95	0,593	0,762	3,15
1,3	15,5	6,35	0,579	0,748	5,08
2,5	21,3	8,74	0,566	0,735	6,94
5	27,1	11,14	0,554	0,722	8,86
10	33	13,54	0,543	0,711	10,55
20	38,8	15,93	0,531	0,698	12,61

Tab. 5. 1 : Exemple de BS3 0/20. Paramètres du mélange et étapes du calcul de ΔV_t jusqu'à 20 jours.

Les Fig. 5. 3a et Fig. 5. 3b présentent différentes simulations réalisées avec le modèle, à titre d'exemples.

La figure Fig. 5. 3a concerne l'expansion de deux empilements de LAC de fraîche production ($j=1$ jour) respectant la granularité de Fuller (mélange assimilé à une GNT), placés dans un environnement à température moyenne de 15°C . Le premier a une teneur en chaux libre de 12%, le second de 6%. Les calculs ont été faits sans confinement, avec un indice de serrage $K=9$. On constate dans les deux cas que l'essentiel de l'expansion se produit dans la première année avec, comme on peut s'y attendre, une amplitude bien plus grande pour le LAC de teneur en CaO libre élevée.

La Fig. 5. 3b concerne un LAC de granularité 0/5 (sable) titrant lui aussi 12% de CaO libre (ce sable contient arbitrairement 6% de fines). Le contexte des simulations est le même que précédemment. Si le matériau est de fraîche production, la cinétique et l'amplitude de l'expansion sont comparables à celles de la GNT 0/20, bien que la compacité de cet empilement soit plus faible (voir figures Fig. 5. 3). Mais l'accessibilité à la chaux libre est ici plus grande, compte tenu de la surface spécifique plus élevée du matériau (la teneur en chaux libre équivalente est donc plus élevée). Si le matériau est conservé avant usage, à cette granularité et à cette température, pendant un an, puis deux ans, l'expansion sera sensiblement réduite, mais restera toutefois conséquente.

Ces exemples montrent ici l'intérêt du modèle pour apprécier différentes solutions de valorisation d'une production d'un LAC pur donnée (utilisation directe, concassage, vieillissement, température).

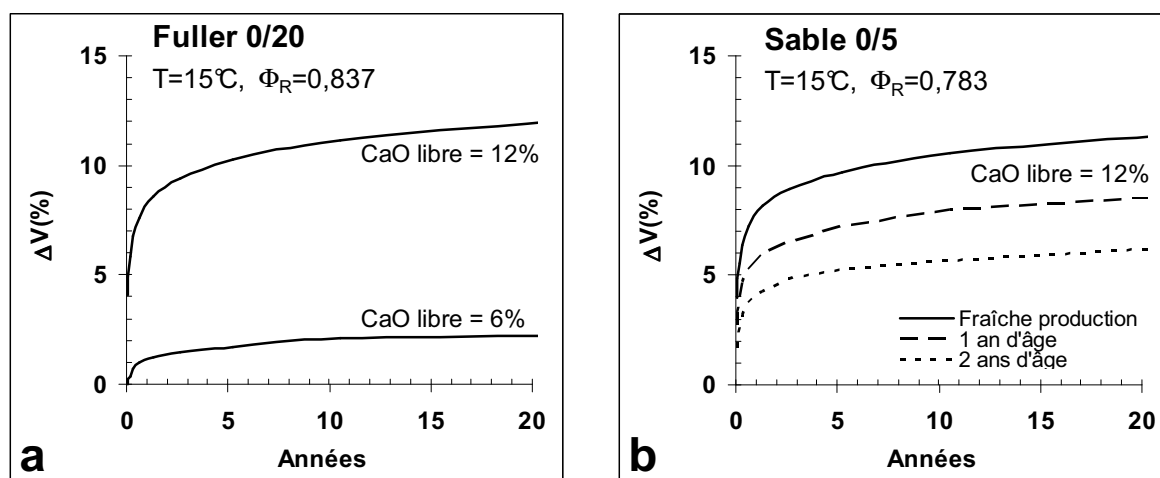


Fig. 5. 3: Exemples de simulations réalisées avec le modèle.

a) effet de la teneur en chaux libre.

b) effet de l'âge et de la granularité

5.4 Modélisation de l'expansion avec le MEC d'un mélange de LAC et de LHF

Les simulations précédentes montrent que l'utilisation de granulats de LAC purs, même vieillis préalablement, conduit à des expansions importantes, en particulier si la teneur en chaux libre initiale est conséquente. Une solution intéressante consiste alors à réaliser des mélanges avec des granulats réputés stables à l'expansion, tels par exemple les laitiers cristallisés de hauts fourneaux ou LHF ([MONOGRAPHIE N°1. 2010] et [MONOGRAPHIE N°2. 2010]). Il importe par conséquent de maîtriser le rôle des paramètres de la formulation (granularité, proportion de chaque coupure, compacité de l'empilement, etc.) vis-à-vis du comportement expansif du produit, dans le temps et en fonction des conditions environnantes, notamment.

Dans ce but, une série d'essais a été réalisée avec différents mélanges de LAC et de LHF.

5.4.1 Expériences

Elles ont consisté à reconstituer une GNT commerciale fabriquée avec un sable 0/6 et un gravillon 6/20, tous deux LHF. Les proportions du mélange sont 40 % de 0/6 et 60 % de 6/20. Les mélanges mixtes LAC-LHF ont ensuite été soumis à l'essai d'expansion à la vapeur dans le moule CBR, selon le protocole présenté dans le chapitre 4. La granularité de ces matériaux est donnée figure Fig 5. 4.

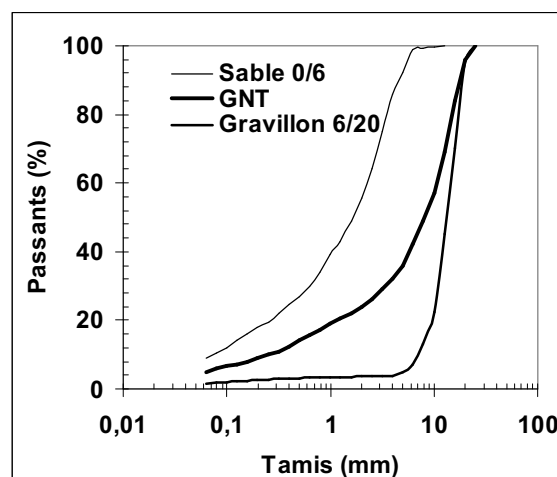


Fig 5. 4: Granularité du sable 0/6, du gravillon 6/20 et de la GNT de référence.

Deux approches ont été réalisées pour formuler ces GNT mixtes :

- 1 – mélanger alternativement le 0/6 et le 6/20 LHF avec un 6/20 et un 0/6 LAC,
- 2 – mélanger un 0/20 LHF avec un 0/20 LAC dans des proportions variables, choisies égales à 25, 50 et 75% de LAC dans le mélange. Rappelons ces 0/20 contiennent 40% de 0/6 et 60% de 6/20.

Les proportions des mélanges sont des proportions volumiques. Les coupures LHF sont celles de la production industrielle. Celles des LAC ont été recomposées à partir de fractions élémentaires issues du concassage de gros grains. Seuls les LAC référencés BS2 et BS3 ont été utilisés ici (voir chapitre 2 pour la description des propriétés de ces produits).

Les courbes d'expansion obtenues sont présentées sur les figures Fig. 5. 5a et Fig. 5. 5b pour BS3 uniquement. La figure Fig. 5. 5b reprend aussi la courbe d'expansion de la GNT contenant 100% de BS3, construite selon la granulométrie Fuller. On notera sur cette figure que la courbe du mélange à 75% de LAC ne se situe pas à mi-distance approximative de celles des mélanges à 50 et 100% de LAC, comme le voudrait la logique. La mesure n'ayant pas été refaite, on supposera que c'est la conjugaison des aléas inhérents à l'essai d'expansion (homogénéité du composite, uniformité du serrage, fiabilité du matériel, etc.) qui explique la position a priori "anormale" de cette courbe.

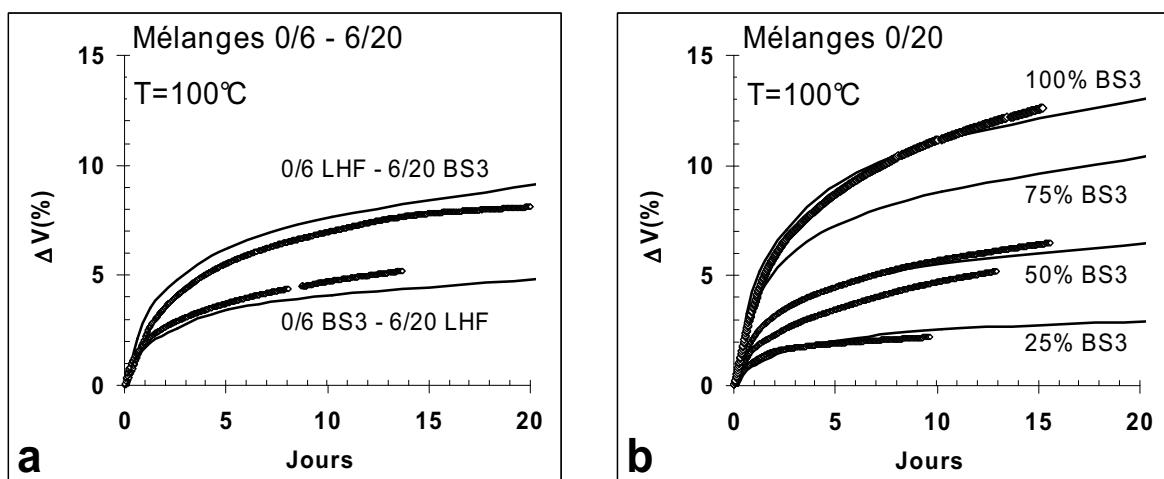


Fig. 5. 5: Courbes d'expansion à la vapeur des GNT mixtes et prédictions du MEC.

a) GNT fabriquées par mélange de 0/6 et de 6/20 BS3 ou LHF.

b) GNT fabriquées par mélange de 0/20 BS3 et LHF à différents taux.

Hormis cette particularité, ces expériences permettent de vérifier que, dans leur ensemble, ces mélanges présentent des expansions reliées directement au taux de LAC utilisé. Elles confirment ainsi que la réalisation de GNT mixtes est une voie intéressante pour valoriser les LAC, mêmes riches en chaux libre, car elle permet de contrôler les expansions en

jouant directement sur les proportions granulaires. Ces essais donnent aussi des valeurs pour quantifier le phénomène et pour illustrer certains comportements. Par exemple, la GNT formulée avec le sable 0/6 BS3 présente une expansion inférieure à celle formulée avec le gravillon 6/20 (figure Fig. 5. 5a). Le taux de LAC est ici plus faible (40%), mais la compacité du mélange est plus forte (voir tableau Tab5. 3). La taille des produits joue donc un rôle intéressant, apparemment. La modélisation des expansions avec le MEC et l'étude de leur évolution vont permettre d'apporter certaines explications (voir plus loin).

Il faut signaler également que l'expansion dans le moule CBR, au cours de l'essai à la vapeur, s'accompagne de l'apparition d'une certaine cohésion entre les grains de l'empilement, plus élevée que celle constatée avec certains LAC purs (voir chapitre 4). A terme, la granulométrie du produit devient aussi plus grenue que celle du mélange initial, car des grains se sont agglomérés. Le couple LAC-LHF aurait donc, semble-t-il, certaines propriétés hydrauliques pouvant compenser mécaniquement la dégradation des grains...

5.4.2 Simulations

La simulation de l'expansion de ces GNT avec le MEC a été réalisée en considérant :

- une valeur β_i uniforme (i.e. indépendante de la taille d_i) pour les LHF, de valeur égale à 0,734 (voir chapitre 2)
- une valeur β_i évoluant avec la taille d_i selon la relation 2.10, pour les LAC.

L'ordonnée à l'origine ($d_i=1$) de ce paramètre a alors été calculée à chaque âge considéré, à partir de l'évolution volumique des grains monodisperses déduite du degré de dégradation D_R , selon la relation 5.10. La proportion y de LAC a été prise en compte dans le coefficient additionnel, au prorata de leur présence dans le mélange. La relation généralisée pour $\Delta V_{m,t}$ s'écrit alors :

$$\Delta V_{m,t} = \text{Min} \left[0,44 \Phi_R^{1,41} \cdot D_R, \left(0,1 \Phi_R^2 \right) \cdot CaO_{eq}^{2,34} \right] \left(1 + y \frac{(\Phi_R - \Phi_m)}{\Phi_m} \right) \quad [5.11]$$

Les principaux paramètres et les résultats des calculs concernant les mélanges testés sont résumés dans les tableaux Tab5. 2 et Tab5. 3 pour BS2 et BS3 respectivement. Pour chaque mélange, les étapes du calcul de l'expansion sont les suivantes :

- calcul de la compacité Φ de l'empilement initial avec le MEC, en considérant un indice de serrage $K=9$ et en tenant compte du confinement provoqué par le moule

CBR. On notera que les valeurs obtenues sont généralement proches des valeurs expérimentales (voir tableaux Tab5. 2 et Tab5. 3). On vérifie ainsi la pertinence du MEC pour ces produits,

- calcul par pas progressifs, jusqu'à 20 jours, du degré de dégradation D_R au cours du temps (relation 3.4, chapitre 3), à partir de la teneur en chaux libre et de la température,
- calcul de l'expansion volumique $\Delta V_{m,t}$ du LAC (relation 5.11), ainsi que de la compacité virtuelle $\beta_{i,t}$ (relation 5.9),
- calcul avec le MEC de la compacité Φ , puis de l'expansion volumique ΔV_t (relation 5.1)

BS2	0/6	6/20	0/20	0/20	0/20	0/20
LHF	6/20	0/6	0/20	0/20	0/20	-
% BS2	40	60	25	50	75	100
$\hat{A}_{ge} (j)$	1	60	46	14	26	147
d_{30} BS2	0,5	12	4	4	4	2
SS BS2	32	1,3	4	4	4	8
CaO	6,7	6,7	6,7	6,7	6,7	6,7
CaO _{eq}	6,8	6,5	6,6	6,7	6,6	6,3
Φ_{MEC}	0,840	0,832	0,845	0,835	0,825	0,836
Φ_{exp}	0,864	0,827	0,839	0,831	0,833	0,835
J	D_R	ΔV_t	D_R	ΔV_t	D_R	ΔV_t
0	0	0	0	0	0	0
0,3	0,5	0,14	0,4	0,12	0,4	0,12
0,6	2,2	0,24	1,7	0,36	1,8	0,24
1,3	5,3	0,6	4,6	0,97	4,7	0,36
2,5	8,4	0,96	7,5	1,46	7,6	0,53
5	11,5	1,33	10,4	2,09	10,6	0,71
10	14,6	1,7	13,3	2,72	13,5	0,96
20	17,6	2,07	16,1	3,35	16,4	1,2
$\Delta V_{exp,20J}$		1,05		2,36		0,9

Tab5. 2 : Paramètres et résultats des simulations réalisées avec le MEC. GNT mixtes incorporant BS2.

Les courbes obtenues sont reportées sur les figures Fig. 5. 5a et Fig. 5. 5b. Elles suivent relativement bien les expansions mesurées, excepté pour l'essai où l'expansion expérimentale a été plus faible qu'attendu (mélange 0/20 avec 75% de BS3)...

La figure Fig 5. 6 compare les expansions calculées à 20 jours avec ce modèle, pour BS2 et BS3, à celles extrapolées, à cette échéance, de la courbe hyperbolique ajustée aux points expérimentaux (voir chapitre 4). Les valeurs de ces expansions sont reportées au bas des tableaux Tab5. 2 et Tab5. 3. On constate que les prédictions pour ces mélanges mixtes,

déduites uniquement des propriétés des LAC et du degré de dégradation, peuvent être jugées plutôt satisfaisantes.

BS3	0/6	6/20	0/20	0/20	0/20	0/20
LHF	6/20	0/6	0/20	0/20	0/20	-
% BS3	40	60	25	50	75	100
Âge (j)	49	1	29	16	4	76
d ₃₀ BS3	0,5	12	4	4	4	2
SS BS3	32	1,3	4	4	4	8
CaO	10,2	10,2	10,2	10,2	10,2	10,2
CaO _{eq}	10,16	10,2	10,1	10,16	10,2	9,94
Φ_{MEC}	0,840	0,832	0,845	0,835	0,825	0,836
Φ_{exp}	0,862	0,809	0,842	0,835	0,840	0,786
Jours	D _R	ΔV_t	D _R	ΔV_t	D _R	ΔV_t
0	0	0	0	0	0	0
0,3	4,2	0,48	4,2	0,85	4,1	0,24
0,6	10,2	1,21	10,4	2,09	10,1	0,71
1,3	16,3	1,94	16,4	3,48	16,1	1,08
2,5	22,3	2,56	22,5	4,78	22,1	1,56
5	28,4	3,45	28,6	6,26	28,1	2,05
10	34,5	4,01	34,7	7,63	34,7	2,55
20	40,5	4,87	40,8	9,18	40,1	2,92
$\Delta V_{exp.20J}$	5,22	8,53	2,83	6,09	8,1	

Tab5. 3 : Paramètres et résultats des simulations réalisées avec le MEC. GNT mixtes incorporant BS3.

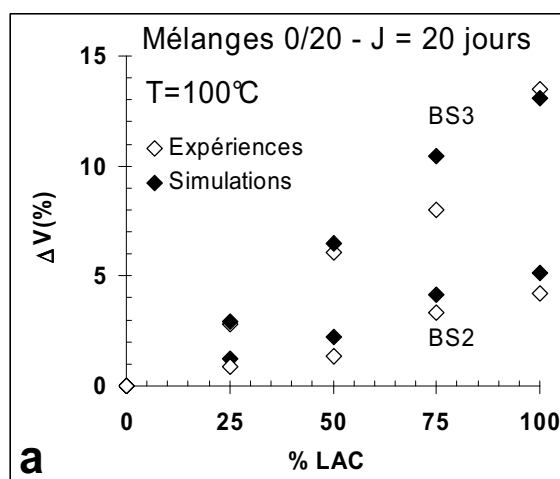


Fig 5. 6: Pour les GNT incorporant différents taux de 0/20 de BS2 et BS3, comparaison des expansions à la vapeur, à 20 jours, calculées avec le MEC et extrapolées de la courbe hyperbolique ajustée aux points expérimentaux.

5.4.3 Prospectives

Les différents modèles calibrés grâce aux essais réalisés ici permettent d'estimer l'expansion dans le temps de tout type de mélanges, voire d'établir des abaques destinés à

choisir, pour un LAC donné, les proportions granulaires d'une GNT mixte d'expansion contrôlée. A titre d'exemple, deux simulations prospectives sont présentées ci-après.

La première concerne le calcul, sur une durée de quatre ans et à température moyenne de 15°C, de l'expansion de deux GNT mixtes comparables à celles de la figure Fig. 5. 5a. Ces GNT contiennent alternativement un 0/6 et un 6/20 de LAC et de LHF, à raison d'un dosage volumique équivalent, soit 50% de chacun des deux matériaux. Le LAC est une production fraîche titrant arbitrairement 10% de chaux libre. Les courbes obtenues sont tracées sur la figure Fig 5. 7. Comme pour les simulations précédentes réalisées avec un LAC pur (figures Fig. 5. 3), on constate tout d'abord que l'expansion est conséquente la première année, puis plus modérée les années suivantes. Elle est toutefois bien plus limitée que dans le cas des LAC purs...

Bien que les proportions volumiques de 0/6 et de 6/20 LAC soient les mêmes dans les deux cas, on constate que les expansions sont différentes. Les plus fortes sont obtenues avec la GNT contenant le LAC 0/6, et ce malgré une plus faible compacité initiale. Cette GNT contient un nombre élevé de petits grains de LAC dont la dégradation est finalement plus expansive que lorsque la GNT contient un nombre plus faible de gros grains de LAC. En d'autres termes, un volume de gros grains disséminé dans le mélange conduit à une expansion plus faible qu'un même volume de petits grains. Notons que dans les expériences et les simulations précédentes (figure Fig. 5. 5a), le mélange contenant le LAC 6/20 présentait l'expansion la plus forte. Mais sa proportion volumique était plus élevée (60%)...

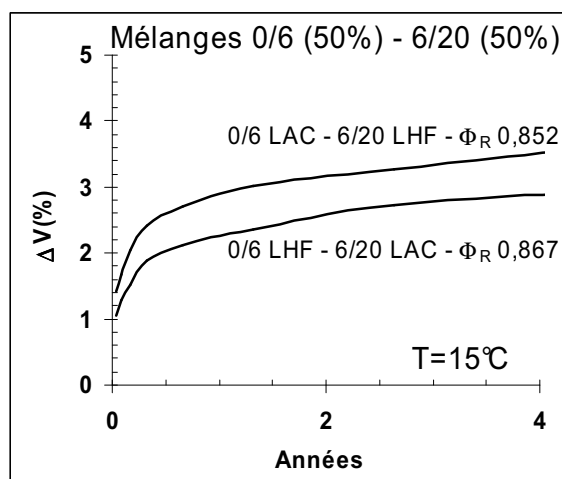


Fig 5. 7: Simulation de l'expansion dans le temps de deux GNT mixtes contenant alternativement 50% de 0/6 et de 6/20 LAC ou LHF.

L'expansion de ces mélanges est donc difficile à appréhender. Des simulations complémentaires montrent qu'en faisant varier dans ces deux GNT les proportions respectives des LAC 0/6 et 6/20, entre 40 et 60%, les expansions obtenues varient différemment. Elles sont présentées sur la figure Fig 5. 8a, à deux ans (15°C). On découvre que pour les faibles taux de LAC, utiliser un 0/6 LAC avec un 6/20 LHF est plus expansif. Lorsque le taux de LAC augmente, les expansions augmentent aussi mais le différentiel entre coupures s'amenuise. À 60% de LAC, le mélange contenant le sable 0/6 est devenu moins expansif que celui contenant le 6/20...

On constate aussi (figure Fig 5. 8b) que la compacité des empilements varie sensiblement selon la nature du 6/20 utilisé. Le LAC fait varier bien plus cette propriété que le LHF.

En résumé, la mise au point d'une GNT mixte contenant des LAC résulte d'un compromis délicat à satisfaire, où doivent être prises en compte les propriétés de la GNT à réaliser au regard des spécifications de la norme (granularité, compacité), et l'expansion admise par le cahier des charges, en fonction de l'usage de l'ouvrage. Les outils présentés ici, qui permettent d'estimer les propriétés et l'expansion de n'importe quel mélange granulaire contenant des LAC, apportent une aide indéniable à cette optimisation.

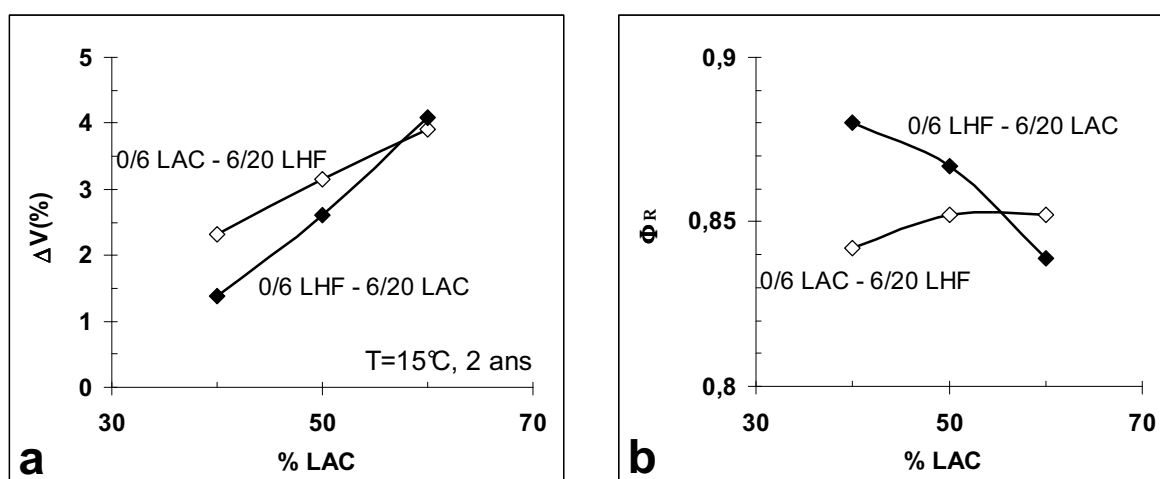


Fig 5. 8: a) Simulation de l'expansion à 2 ans de deux GNT mixtes contenant alternativement de 40 à 60% de 0/6 et de 6/20 LAC ou LHF.

b) Évolution de la compacité initiale de l'empilement

5.5 Conclusion

Un grand nombre d'essais d'expansion à la vapeur réalisés avec le moule CBR et un appareillage spécifique, sur diverses fractions de différents LAC purs, a permis de proposer

une loi parabolique pour décrire le phénomène. La comparaison des courbes obtenues avec les propriétés des matériaux a montré que la taille et l'âge des grains, au moment de l'essai ou de leur utilisation, avait une influence importante sur l'expansion. La notion de teneur en chaux libre équivalente est alors apparue nécessaire pour tenir compte de l'influence de ces deux paramètres, la mesure de la teneur en chaux libre sur un granulat qui a évolué dans le temps n'étant pas suffisamment discriminante.

La comparaison de ces deux modèles conduit à l'estimation de l'expansion d'un empilement de LAC pur à partir du taux de dégradation, en fonction de la compacité de l'empilement et de la teneur en chaux libre équivalente du LAC utilisé. Enfin, le Modèle d'Empilement Compressible (MEC) a été utilisé pour calculer l'évolution de la compacité dans le temps, par le biais de la compacité monodimensionnelle des classes élémentaires constitutives du mélange, calculée à chaque étape du processus à partir du taux de dégradation.

Le MEC devient ainsi un outil adapté à l'estimation de l'évolution volumique de tout mélange granulaire contenant des LAC, de granularité ou d'âge quelconque et placé dans un environnement déterminé. Il permet alors de trouver, à partir de simulations progressives, les combinaisons les mieux adaptées à la formulation de GNT mixtes contenant des LAC.

Il faut alors souhaiter que les notions et les modèles paramétriques proposés dans cette étude soient confortés par d'autres travaux, et sur des LAC d'autres origines, afin de pouvoir disposer de protocole d'essais, de méthodes de mesures et d'un outil de formulation fiable destiné à la meilleure valorisation des laitiers d'aciéries dans les assises de chaussées.

Conclusions et perspectives.

Les laitiers d'aciérie de conversion sont des coproduits sidérurgiques associés à l'élaboration de l'acier. En France, plus de 1,2 million de tonnes sont actuellement produites par an et des stocks importants plus anciens existent dans les zones sidérurgiques, notamment en Lorraine. Bien que ces coproduits présentent d'excellentes propriétés mécaniques et géotechniques, ils ne sont pas stables dans le temps car ils contiennent une certaine quantité de la chaux libre et de magnésie libre qui, sous l'effet de l'hydratation et de la carbonatation, peuvent provoquer l'expansion volumique du minéral, et des ouvrages construits avec ces matériaux.

Les LAC sont actuellement valorisés dans des domaines où la stabilité dimensionnelle n'est pas un problème, principalement en amendements agricoles et en cimenterie, comme addition au cru. Mais ils sont encore peu utilisés dans les mélanges granulaires, pour la construction des assises de chaussées par exemple où les consommations de granulats sont très importantes.

Dans le cadre de notre étude, six tonnes environ des laitiers d'aciérie de conversion LWS ont été prélevées par la société SLAG, partenaire de l'étude, sur le site de Florange (Moselle). Il s'agit de plusieurs échantillons de la même aciérie, provenant de coulées sélectionnées ou mélangées, de différentes granularités. La caractérisation de ces laitiers a été réalisée.

Les analyses par fluorescence X ont montré que ces laitiers sont constitués majoritairement de CaO , de Fe_2O_3 et de SiO_2 . Les phases minérales caractérisées par DRX sont principalement le silicate bicalcique $\beta\text{-C}_2\text{S}$ et la ferrite de calcium C_2F . Les images fournies par la Microsonde de Castaing montrent l'extrême imbrication de ces phases, qui sont rarement pures.

La mesure des propriétés physiques de ces matériaux n'est pas simple, en raison notamment de leur évolutivité. De même, la quantification de la chaux libre pose problèmes

car cette phase est disséminée dans la matière et elle évolue rapidement au contact de l'eau et de l'air, lorsque les grains sont finement broyés (hydratation, carbonatation).

En raison de la structure alvéolaire de ces matériaux, la méthode de la « paraffine » a été employée pour déterminer leur masse volumique réelle, sur un échantillonnage très conséquent de grains. On constate qu'il n'y a pas d'évolution significative de la MVR moyenne lorsque la taille des grains change, indiquant ainsi que la porosité intragranulaire moyenne est quasi-constante à toutes les échelles. D'ailleurs, les observations à la microsonde de Castaing de sections polies de fillers ont montré aussi qu'un certain volume poreux subsistait à l'échelle micrométrique. La MVR, comme la masse volumique absolue, sont de valeurs supérieures à celles des matériaux naturels, en raison de la présence des oxydes de fer.

Les compacités virtuelles des classes granulaires élémentaires, au sens du Modèle d'Empilement Compressible, ont aussi été déterminées à partir de mesures de compacités réelles sur différents empilements de grains. Elles sont plutôt élevées, comparativement à celles d'autres grains concassés et elles augmentent assez significativement avec la taille.

La dégradation des grains de laitier a été quantifiée par des essais originaux réalisés sur diverses fractions comprises entre 80 μ m et 63mm. Plusieurs échantillons de différentes tailles, faciès et teneur en chaux libre ont alors été placés dans des seaux contenant de l'eau à différentes température (40, 60, 80 et 100°C). Les mesures entreprises ont consisté à enregistrer pendant environ un mois la quantité de grains qui se dégradaient. Les résultats montrent que les grains de toutes tailles et de tous faciès se délitent progressivement, à une vitesse qui dépend principalement de la teneur en chaux libre. Le traitement de ces données, complété par des mesures sur granulats de chaux vive, permet alors de proposer un modèle capable de quantifier la dégradation des laitiers LWS (taux de dégradation D_R) en fonction du temps et de la teneur en CaO libre, à une température quelconque.

L'expansion à la vapeur d'une variété d'empilement de LAC de différentes compacités et teneurs en chaux libre a été mesurée dans le moule CBR adapté sur une cuve chauffante, sur des durées d'une quinzaine de jours en général. Ces essais ont été complétés par des mesures d'expansion sur des empilements de chaux vive. Les courbes d'expansion obtenues ont été ajustées à un modèle hyperbolique dont les paramètres ont pu être corrélés à la compacité de l'empilement et à la « teneur en chaux libre équivalente ». Ce terme désigne l'activité effective de la chaux libre au moment de l'essai, en fonction de l'âge et de la finesse des grains.

Le modèle de dégradation et le modèle d'expansion ont alors été couplés, ce qui permet d'estimer l'expansion en fonction du taux de dégradation, pour un contexte donné (compacité, teneur en chaux, âge, environnement).

Enfin, la prévision de l'expansion a été réalisée avec le Modèle d'Empilement Compressible, en déduisant l'évolution (la diminution) de la compacité virtuelle des grains du taux de dégradation, via le couplage précédent. Cet ensemble forme alors un outil capable de prédire l'évolution dans le temps de n'importe quel mélange granulaire contenant des laitiers d'aciérie et des granulats inertes (comme des laitiers de hauts fourneaux par exemple). Il devient alors possible de désigner le mélange le plus approprié qui conduit à une expansion limitée, à une échéance et dans un environnement donnés. Cet outil apporte donc une aide précieuse à la valorisation des laitiers d'aciérie dans les mélanges granulaires, de type GNT par exemple. Quelle que soit la teneur en chaux libre et l'âge du produit (fraîche ou vieille

production), on dispose d'un outil qui permet de désigner le taux de valorisation maximum à envisager dans un mélange granulaire, en fonction notamment de la granularité des produits, et selon l'expansion maximale ou finale tolérée par le cahier des charges.

Au terme de ce travail, les perspectives suivantes peuvent être proposées :

- Il s'agirait tout d'abord de confirmer les modèles de dégradation, d'évolution des propriétés et d'expansion proposés avec des laitiers d'aciérie provenant d'autres origines, afin de généraliser la démarche
- Il s'agirait aussi d'étudier le comportement physique et mécanique des empilements granulaires au gré de l'évolution de la granularité des LAC, sachant qu'une certaine cohésion apparaît avec leur hydratation, compte tenu du caractère hydraulique latent qui les caractérise.
- Enfin, au vu de ces résultats, il faudrait étudier l'adaptation des méthodes de formulation et de dimensionnement des structures de type GNT contenant des LAC.

Bibliographie

- [ALEXANDRE, 1993] **ALEXANDRE J., BOUDONNET J.Y.**: «*Les laitiers d'aciérie LD et leurs utilisations routières, Laitiers sidérurgiques* », Laitiers sidérurgiques, CTPL, n° 76, 1993.
- [AURIOL, 2004] **AURIOL J.-C.** : «*Procédé SCOR +, pour les laitiers qui manquent de chaux libre. Un procédé d'amélioration des laitiers d'aciérie "LD" pour les traitement de sols.*», Laitiers sidérurgiques, N°85, 2004.
- [BARBIER, 2001] **BARBIER B.**: «*Les laitiers sidérurgiques en technique routière, Cas particulier des laitiers de convertisseur à oxygène*», Rapport M2P ENSM Nancy, LRPC Nancy, 2001.
- [BELHADJ et al, 2010] **BELHADJ E., DILIBERTO C., LECOMTE A.**: «*Chemical, physical and mineralogical characterization of basic oxygen furnace slag (BOF slag)*», Euro Mediterranean Symposium On Advances in Geomaterial and Structures, AGS 10, Djerba, Tunisia, 2010.
- [BEN-AÏM, 1970] **BEN-AÏM R.**: «*Etude de la texture des empilements de grains. Application à la détermination de la perméabilité des mélanges binaires en régime moléculaire, intermédiaire, laminaire*», Thèse d'Etat de l'Université de Nancy, 1970.
- [BIALUCHA, 2005] **BIALUCHA R.**: «*New regulation in the field of environmental affairs.* », EUROSLAG Publication N°3, Proceedings 4th European Slag Conference, Slags-Providing Solutions for Global Construction and other Markets, Oulu (Finland): New regulation in the field of environmental affairs.,: 2005
- [BIALUCHA et al. 1994] **BIALUCHA R., GEISELER J., KRASS K.**: «*Assessment of the environmental compatibility of industrial by-products and recycled materials.*», Proceedings of the International Conference on Environmental Implication of Construction with Waste Materials. Maastricht, 1994.
- [BISANTI, 2003] **BISANTI OLIVIER C.A.**: «*Un siècle d'oxygène en sidérurgie*», 9 janvier 2003. <http://soleildacier.ouvaton.org/savoir/fr/02W1115C.HTM>.
- [BLAZY et al., 1998] **BLAZY P., JDID E.**: *Traité Matériaux métallique, Métallurgie extractive: pyrométallurgie.*, 28, Techniques de l'Ingénieur, Institut national polytechnique de Lorraine (INPL), Centre de recherche sur la valorisation des minerais (CRVM), LEM 75-69, 1998.
- [BOMBAY, 2004] **BOMBAY J.-Y.** : «*Procédé SCOR +, pour les laitiers qui manquent de chaux libre...un procédé d'amélioration des laitiers d'aciérie "LD" pour les traitement de sols.*», Laitiers sidérurgiques, N°85, 2004.
- [BOUQUETY, 2006] **BOUQUETY M.N., DESCANTES Y., BARCELO L., DE LARRARD F., CLAVAUD B.**: «*Automated measurement of aggregate properties: Part 2 - flakiness index*», Materials and Structures, 39, 1, 2006.
- [BOUDONNET, 1994] **BOUDONNET J.Y.**: «*Les laitiers d'aciérie LD. La caractérisation chimique : une étape indispensable. Panorama des connaissances*», Laitiers sidérurgiques, CTPL, n°76, 1994.
- [BOUDONNET, 1996] **BOUDONNET J.Y.**: «*L'essai européen d'expansion à la vapeur., Evaluation de la stabilité volumique des laitiers d'aciérie*», Laitiers sidérurgiques, n°79, 1996.

- [CTPL, 2002] **CENTRE TECHNIQUE ET DE PROMOTION DES LAITIERS SIDERURGIQUES**: «*Brésil: Utilisation de laitiers d'aciérie pour corriger l'acidité des sols et combattre la toxicité aluminique*», Laitiers sidérurgiques, N°83, 2002.
- [CESSELIN, 1976] **CESSELIN P.**: *Les aciéries de conversion*, 26, EDISID. Association technique de la sidérurgie française (ATS), 13 jan.1976.
- [CHAURAND et al, 2006] **CHAURAND P., ROSE J., BRIOIS V., OLIVI L., LOUIS HAZEMANN J., PROUX O., DOMAS J., YVES BOTTERO J.**: «*Environmental impacts of steel slag reused in road construction: A crystallographic and molecular (XANES) approach.*», Hazardous Materials, B139, 2007.
- [CTPL, 2008] **CENTRE TECHNIQUE ET DE PROMOTION DES LAITIERS SIDERURGIQUES**: «*Où sont passés les laitiers en 2007 en France*», Laitiers sidérurgiques, N°93, 2008.
- [CTPL, 2009] **CENTRE TECHNIQUE ET DE PROMOTION DES LAITIERS SIDERURGIQUES**: «*Actualaitiers*», Laitiers sidérurgiques, N°94, 2009.
- [DA SILVEIRA et al, 2005] **DA SILVEIRA N.O., SLIVA M. V. A. M., AGRIZII E. J., DE LANA M.F., DE MENDONÇA R. L.** : «*ACERITA - Steel slag with reduced expansion potential*», Slags- Providing Solutions for Global Construction and other Markets, 4th European slag Conference, 20th-24st June 2005, Oulu (Finland) Proceedings, EUROSLAG Publication, N°3, 2005.
- [DE LARRARD. 2003] **DE LARRARD F, LEDEE V., SEDRAN T., BROCHU F., DUCASSOU JB.** : «*Nouvel essai de mesure de compacité des fractions granulaires à la table à chocs*», Bull. Labo P&C, 246-247, 2003.
- [DE LARRARD F. 2000] **DE LARRARD F.** : «*Structures granulaires et formulation des bétons*», Traduit de l'anglais par A. Lecomte, Etudes et Recherches du LCPC, OA 34, 2000.
- [DE LARRARD F. 1999] **DE LARRARD F.**: «*Concrete Mixture Proportioning A Scientific Approach*», Modern Concrete Technologie, 9, S. Mindess & A. Bentur, editors E & FN Spon, London, 1999.
- [DEC. 2002] «*Décret 2002-540, Ministère du Développement Durable et de l'Environnement*», 2002
- [DHEILLY R et al, 2002] **DHEILLY R.M., TUDO J., SEBAI BI Y, QUÉNEUDEC M.**: «*Influence of storage conditions on the carbonation of powdered Ca(OH)₂*», Construction and Building Materials, 16p, 2002.
- [DIN 38414] **DIN 38414**: «*Part 4: German standard methods for water, wastewater and sludge investigation; sludge and sediments (group S): Determination of the leachability with water*», 1984.
- [EN1. 2003] **AFNOR**: «*NF ENN 13242 Granulats pour matériaux traités aux liants hydrauliques et matériaux non traités utilisés pour les travaux de génie civil et pour la construction des chaussées*», 2003.
- [EN2. 2003] **AFNOR**: «*NF EN 13243 Granulats pour mélanges hydrocarbonés et pour enduits superficiels utilisés dans la construction des chaussées, aéroport et d'autres zones de circulation*», 2003.
- [EN 1096-7] **AFNOR**: «*NF EN 1096-7 Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats*», 2001.
- [EN 1097-6] **AFNOR**: «*NF EN 1097-6 Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats*», 2001.
- [EN1, 1998] **AFNOR** : «*NF EN 1744-1 Essai pour déterminer les propriétés chimiques des granulats - Partie 1: analyse chimique*», 1998.
- [FERREIRA, 2000] **FERREIRA. P-L.** *Etude du comportement hydraulique d'une géhlénite synthétique de l'élimination d'inclusions de chaux, en vue de la valorisation de deux sous-*

produits de sidérurgie : les laitiers cristallisés et les scories issues du procédé Linz-Donawitz. Université Henri Poincaré Nancy 1. 164pages, 2000

[GEISELER, 1996] **GEISELER J.**: «*Use of Steelworks slag in Europe*», Waste management, 16, 1996.

[GEISELER, 1988] **GEISELER J., SCHOLÖSSER R.**: «*Investigations concerning the Structure and Properties of Steel Slags*», Reported from 1974-2000, Iron and Steel Slags, Properties and Utilisation, 1988.

[HORNAIN, 1995] **HORNAIN. H, RAFAI. N, THURET. B.,**: «*Contribution à la détermination de la chaux libre dans les laitiers LD : problème rencontrés, principales, conclusions* », Laitiers sidérurgiques, N°78, 1995.

[IONESCU; 2001] **IONESCU D., MEADOWCROFT TR., BARR PV.**: «*Early-age hydration kinetics of steel slag*», Adv Cement Res , 13 (1), 2001.

[JOOST, 2002] **JOOST M.**: «*The utilisation of steel slag in waterway construction*», EUROSLAG Publication N°2, Proceedings, 3rd European Slag Conference, Manufacturing and Processing of Iron and Steel Slags, Keyworth, 2002.

[KAWASKI, 2001] **KAWASKI STEEL**: «*An Introduction to Iron and Steel Processing*», Chapter 2: Smelting, Refining and Continuous Casting, KAWASKI Steel 21st Century Foundation, JFE 21 st Century Foundation. 1997-2001. <http://www.jfe-21st-cf.or.jp/index2.html>.

[KUEHN et al, 2000] **KUEHN M. DRISSEN P. SCHREY H.**: «*Treatment of liquid Steel slags*», 2nd Euroslag Conference, October, Dusseldorf.

[LEROY, 1977] **LEROY P.**: «*Historique du procédé LWS et ses prolongement* », CIT du CDS (F), N° 2, p. 301-17, 1977.

[LEROY. 1970 et al.] **LEROY P., GOMBERT M., LARMINAT H. DE., BASTIEN J. ET MARION H.**: «*Le procédé LWS*», Rev. de Métal. (F), N° 3, p. 181-93, 1970.

[LECOMTE, 2001] **LECOMTE A., MECHLING J-M.**: «*Analysis of the Granular Structures of Aggregates Using Solid Volume Measurement of Elementary Fractions*», Cement Concrete and Aggregates Journal, ASTM, 23, No 2, 2001.

[LECOMTE, 2009] **LECOMTE A., MECHLING J-M., DILIBERTO C.**: «*Compaction index of cement paste of normal consistency*», Construction and Building Materials, 23, 2009.

[LRPC Lille, 1998] **MINES DE DOUAI, LRPC DE.LILLE.**: «*Etude laboratoire de mise au point d'essais accéléré permettant d'évaluer la stabilité à long terme des DIS et sous-produits utilisés dans le BTP*», document de travail PREDIS Nord-Pas-Calais, phase 1, groupe de travail n°5 "améliorer la valorisation des déchets industriels en BTP", programmation triennale de 1996/1997/1998

[MAYER, 1999] **MAYER D.**: *Aciéries de conversion*, 35, Traité métallurgique, Techniques de l'Ingénieur, Association Technique de la Sidérurgie Française (ATS), 1999.

[MATE, 1998] **MINISTRE DE L'AMENAGEMENT DU TERRITOIRE ET DE L'ENVIRONNEMENT**: «*Critères et méthodes d'évaluation de l'écotoxicité des déchets.*», Janvier 1998.

[MEDRAJ] **MEDRAJ M.**: «*Why Metals are Important*», Concordia University. . <http://users.ensc.concordia.ca/~mmmedraj/mech321/lecture%2022%20materials%20codes.pdf>.

[MAHIEUX et al, 2008] **MAHIEUX P.-Y., AUBERT J. -E., ESCADEILLAS G.**: «*Utilization of weathered basic oxygen furnace slag in the production of hydraulic road binders*», Construction and Building Materials, 23, 2008.

[MONOGRAPHIE N°1, 2010] **MONOGRAPHIE N°1**: «*Laitiers d'aciérie de convertisseur à oxygène, Forges et aciéries de Dillinguen*», Guide d'utilisation des matériaux lorrains en technique routière, en ligne : <http://www.cete-est.developpement-durable.gouv.fr>», 2010.

- [MONOGRAPHIE N°2, 2010] **MONOGRAPHIE N°2:** «*Laitiers d'aciérie de convertisseur à oxygène, les laitiers LD de Schoeneck, Guide d'utilisation des matériaux lorrains en technique routière, en ligne : <http://www.cete-est.developpement-durable.gouv.fr>*», 2010.
- [MONSHI et al, 1999] **MONSHI A., ASGARANI MK.:** «*Producing Portland cement from iron and steel slags and limestone*», Cement Concrete, 29, 1999.
- [MOTZ et al, 2000] **MOTZ H., GEISELER J.:** «*The steel Slag- Characteristics, Properties and Quality Assurance*», Report 1974-2000, Iron and Steel Slags - Properties and utilisation, 2000, ISSN 0948-4787.
- [MOTZ et al, 2001] **MOTZ H., GEISELER J.:** «*Products of steel slags an opportunity to save natural resources*», Waste Manage, 21, 2001.
- [NF, 1967] **NF P14-442:** «*Mesure de la surface spécifique par le perméabilité de Blaine*», 1967.
- [PANIS, 1984] **PANIS A.:** «*Utilisation des scories en technique routière*», Bulletin de l'association internationale de géologie de l'ingénieur, n° 30, Paris, 1984.
- [PHAM, 2000] **PHAM DOAN. H :** «*Définition d'un Plan d'Assurance Qualité des laitiers LD*», Le projet de Fin d'études, ENSAIS, 2000.
- [PIRET, 1988] **PIRET J., WILLEMIJNS K., LETE E., CHAVET J.:** «*Recherche pour une meilleur valorisation du laitier de Haut Fourneau et de la scorie LD. Développement d'une technique permettant de mieux connaître la stabilité volumique de la scorie LD. Recherche technique laitier*», Commission des Communautés européens. Centre de recherches métallurgiques, Liège, 1988.
- [PEREME, 2006] **JACQUES P :** «*Que deviennent les laitiers en France, flux 2006 des laitiers sidérurgiques*», Laitier Sidérurgiques, N°92 CTPL, 2006.
- [RAYSSAC E. et al. 2008] **RAYSSAC E., AURIOL J-C., DENELEE D., LARRARD F., LEDEE V., PLATRET G.:** «*Valorisation de laitiers d'aciérie de conversion "LD" dans les infrastructures routières.*», Laitiers Sidérurgiques, N°92, 2008.
- [REX, 2000] **REX M.:** «*Blast furnace and Steel Slags as Liming Materials for Sustainable Agricultural Production*», N°1 EUROSILAG Publication, Proceedings 2nd European Slag Conference, Engineering of Slags A Scientific and Technological Challenge, Düsseldorf, Octobre 2000.
- [REX, 2002] **REX M.:** «*Environmental aspects of the use of iron and steel slags as agricultural lime.*», N°2 EUROSILAG Publication, Proceedings 3rd European Slag Conference, Manufacturing and Processing of Iron and Steel Slags, Keyworth, , Octobre 2002.
- [RIBOUD, 1986] **RIBOUD P.:** «*Réaction à l'impact des jets d'oxygène en conversion et prétraitement de fontes*», Cours CESSID Aciérie 86-38, 1986.
- [ROBINSON H. et al; 2005] **ROBINSON H., GHAZIREH N., GHATAORA G. S.:** «*Use of basic oxygen steel slag and limestone quarry dust for colliery spoil remediation- a pilot case study.*», EUROSILAG publication N°3, 4th European Slag Conference, Slags, Providing Solutions for Global Construction and other Markets Proceedings, Oulu-Finland, , June 2005.
- [SEDRAN et al 1994] **SEDRAN T., DE LARRARD F.:** «*Un logiciel pour optimiser la granularité des matériaux de génie civil.*», bulletin de liaison des laboratoires des Ponts et Chaussées, 1994.
- [SHEN et al, 2007] **SHEN H. D., WU M. C., DU C. J.:** «*Laboratory investigation of basic oxygen furnace slag for substitution of aggregate in porous asphalt mixture*», Construction and Building Materials, 2007.
- [SHI, 2000] **SHI C., QUIAN J.:** «*High performance cementing materials from industrial slags- a review*», Resource Conservation Recycling, 29, 2000.
- [SIMON, 1994] **SIMON M.:** «*Utilisation de laitier d'aciérie dans les remblais de l'autoroute A54*», Laitiers Sidérurgiques, N°77, 1994.

- [SPANAGEL, 1996] **SPANAGEL P.**. *Les laitiers d'aciérie LD et leurs utilisations routières, Laitiers sidérurgiques*. Université Henri Poincaré Nancy 1. 195 p. 7 octobre 1996.
- [TATE et al. 1980] **TATE M., KAWAI Y.**: «*Le nouveau procédé LD avec lance circulaire (LD-CL) à l'usine de Keihin, NKK*», Communication aux Journées Sidérurgiques de l'ATS. Rév. Métal. (F), 78, N° 2, 29 et 30 oct 1980.
- [THIAM, 2006] **THIAM A.** : «*Elaboration et optimisation de l'essai à la vapeur de l'expansion volumique des scories d'aciérie*», Rapport du stage Master 2. Université Henri Poincaré Nancy 1. 2005-2006.
- [THOMAS, 2001] **THOMAS G.H.** : «*Progress in the Utilisation of Steel Slags in the UK.*» N°1 EUROSLAG Publication, Proceedings 2nd European Slag Conference, Engineering of Slags A Scientific and Technological Challenge, pp.77-86. Düsseldorf. Octobre 2000.
- [TRENTINI, 1991] **TRENTINI B.**: *Evolution des procédés*, 12, Traité métallurgique, Techniques de l'Ingénieur, Association Technique de la Sidérurgie Française (ATS), 1991.
- [VERTRAG] : «*Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschafts-gemeinschaft EWG-Vertrag Artikel 130 r, Ziele der Umweltpolitik.*»
- [YONGJIE, 2006] **YONGJIE X., SHAOPEN G., HAobo H., JIN Z.**: «*Experimental investigation of basic oxygen furnace slag used as aggregate in asphalt mixture*», HaZardous Materials, 2006.
- [WANG et al, 2010] **WANG Q., YAN P.**: «*Hydration properties of basic oxygen furnace steel slag*», Construction and Building Materials, 7p, 2010.

Liste des annexes

- Annexe A1 : Bilan des essais d'expansion à la vapeur et de teneur en chaux Leduc
- Annexe A2 : Exemples de calculs de la teneur en chaux libre selon la méthode Leduc
- Annexe A3 : Exemple de calcul de la masse volumique absolue
- Annexe A4 : Mesures de la MVR sur les différentes coupures pour étude de la dégradation
- Annexe A5 : Mesure de la dégradation des grains ; prépartaion des échantillons fins
- Annexe A6 : Mesure de la dégradation des grains; prépartaion des échantillons grenus
- Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains; tableau des résultats
- Annexe A8 : Titrage de la chaux en solution ; tableau des résultats

Annexe A1 - Bilan des essais d'expansion à la vapeur et de teneur en chaux leduc réalisés

[illegible]

Annexe A1 - Bilan des essais d'expansion à la vapeur et de teneur en chaux leduc réalisés

Référence	Fraction	Conformité dans module CBR			Labo				Calendrier						
		Date	Date début	Date fin	Age/ broyage	Durée	Δh max (%)	Valde	commentaire	Date broyage	Date essai	Fraction départ	Age fines	Fraction %	commentaire
B533	2531.5	02/04/2008													
B533	>20	02/04/2008													
B533	>20	03/06/2009													
B533	0.160.2	>20	03/06/2009												
B533	>20	12/06/2009													
B533	0.160.2	>20	12/06/2009												
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<40μ	
B533	0.08	02/04/2008	04/11/2008	13/11/2008	216	9	0.88	à voir	échantillon brêlé	02/04/2008	05/11/2008	00/0.8	217	<	

A2. Exemples de calculs de la teneur en chaux libre selon la méthode Leduc

Illustration des opérations



Solution contenant 200 ml d'eau distillée, 1 g du BS séché sous vide et 30 g du sucre



Filtration de la solution après 30 mm d'agitation magnétique



Solution filtrée colorée par phénophtaléine avant ajout de HCl



Perte de la couleur de la solution après saturation de HCl

Exemple de tableau de calculs

BS1											
3/4 < 80µm						16/20 < 40 µm					
Essais	m _{sucre}	30,004			W _{CaO.moy} (%)	Essais	m _{sucre}	30,006		W _{CaO.moy} (%)	
	m _{lws}	1,002			7,88		m _{lws}	1,006		7,57	
N°1	V _{HCl}	7,1	W _{CaO} =	7,95		N°1	V _{HCl}	6,8	W _{CaO} =		7,57
	V _{prise.essai}	50					V _{prise.essai}	50			
	m _{sucre}	30,004					m _{sucre}	30,006			
	m _{lws}	1,002					m _{lws}	1,006			
N°2	V _{HCl}	7,1	W _{CaO} =	7,95		N°2	V _{HCl}	3,4	W _{CaO} =		7,57
	V _{prise.essai}	50					V _{prise.essai}	25			
	m _{sucre}	30,004					m _{sucre}	30,006			
	m _{lws}	1,002					m _{lws}	1,006			
N°3	V _{HCl}	3,45	W _{CaO} =	7,73		N°3	V _{HCl}	3,4	W _{CaO} =		7,57
	V _{prise.essai}	25					V _{prise.essai}	25			

BS2											
16/20 < 40 µm						Fines < 40 µm					
Essais	m _{sucre}	30,006			W _{CaO.moy} (%)	Essais	m _{sucre}	30,005		W _{CaO.moy} (%)	
	m _{lws}	1,006			7,18		m _{lws}	1,005		6,20	
N°1	V _{HCl}	6,45	W _{CaO} =	7,18		N°1	V _{HCl}	5,6	W _{CaO} =		6,24
	V _{prise.essai}	50					V _{prise.essai}	50			
	m _{sucre}	30,006					m _{sucre}	30,005			
	m _{lws}	1,006					m _{lws}	1,005			
N°2	V _{HCl}	3,25	W _{CaO} =	7,24		N°2	V _{HCl}	2,75	W _{CaO} =		6,13
	V _{prise.essai}	25					V _{prise.essai}	25			
	m _{sucre}	30,006					m _{sucre}	30,005			
	m _{lws}	1,006					m _{lws}	1,005			
N°3	V _{HCl}	3,2	W _{CaO} =	7,13		N°3	V _{HCl}	2,8	W _{CaO} =		6,24
	V _{prise.essai}	25					V _{prise.essai}	25			

BS3											
16/20 < 40 µm						Fines < 80 µm					
Essais	m _{sucre}	30,006			W _{CaO.moy} (%)	Essais	m _{sucre}	30,006			W _{CaO.moy} (%)
	m _{lws}	1,006			11,08		m _{lws}	1,006			9,18
N°1	V _{HCl}	9,95	w _{CaO} =	11,08		N°1	V _{HCl}	8,2	w _{CaO} =	9,18	
	V _{prise.essai}	50					V _{prise.essai}	50			
	m _{sucre}	30,006					m _{sucre}	30,006			
	m _{lws}	1,006					m _{lws}	1,006			
N°2	V _{HCl}	4,95	w _{CaO} =	11,03		N°2	V _{HCl}	8,1	w _{CaO} =	9,07	
	V _{prise.essai}	25					V _{prise.essai}	50			
	m _{sucre}	30,006					m _{sucre}	30,006			
	m _{lws}	1,006					m _{lws}	1,006			
N°3	V _{HCl}	5	w _{CaO} =	11,14		N°3	V _{HCl}	4,15	w _{CaO} =	9,29	
	V _{prise.essai}	25					V _{prise.essai}	25			

A3 : Exemple de calcul de la masse volumique absolue

Paramètres du calcul

$m_{\text{pyn.aimant. ws}}$ (g): masse du pycnomètre plein avec aimant, rempli totalement de white spirit

$m_{\text{pyn.aimant.1/2 ws}}$ (g): masse du pycnomètre plein avec aimant, rempli à 1/2 de white spirit

$m_{\text{pyn.aimant.1/2 ws.laitier}}$ (g): masse du pycnomètre plein avec aimant, rempli à 1/2 de white spirit et du laitier LWS (g).

m_{laitier} : masse des laitiers LWS (g) = $m_{\text{pyn.aimant.1/2 ws.laitier}} - m_{\text{pyn.aimant.1/2 ws}}$

$m_{\text{pyn.aimant.laitier}}$ (g): masse du pycnomètre avec aimant rempli totalement du white spirit et du laitier LWS (g)

ρ_{ws} (g/cm³): masse volumique du white spirit

ρ (g/cm³) : masse volumique absolue des laitiers LWS

$$V_{\text{laitier}} = \frac{m_{\text{laitier}} - (m_{\text{pyn.aimant.laitier.ws}} - m_{\text{pyn.aimant.ws}})}{\rho_{\text{ws}}}$$

$$MVA = \frac{m_{\text{laitier}}}{V_{\text{laitier}}}$$

Exemple de résultats pour BS1 et BS2 (g/cm³)

Produit	BS1			BS2			
Age approximatif de la poudre	1 semaine	1 mois	2 semaines	3 mois	3 mois	1 mois	3 mois
T (°C)	22	22,5	22,5	22,5	23,5	24	22
ρ_{ws}	0,7183	0,7809	0,7809	0,7809	0,7801	0,7797	0,7813
$m_{\text{pyn.aimant.ws}}$	126,750	126,793	126,802	126,808	126,742	126,632	126,611
$m_{\text{pyn.aimant.1/2 ws}}$	110,992	114,595	120,6721	118,746	110,271	107,004	118,592
$m_{\text{pyn.aimant.1/2 ws.laitier}}$	117,465	119,659	128,893	122,698	114,815	115,223	123,982
m_{laitier}	6,473	5,065	8,2205	3,953	4,544	8,2184	5,3901
$m_{\text{pyn.aimant.laitier}}$	131,802	130,563	133,074	129,637	130,018	132,709	130,484
MVA	3,558	3,055	3,294	2,745	2,795	2,991	2,776

Annexe A4 : Mesure de la MVR sur différentes coupures pour l'étude de la dégradation

BS1- 25/31,5																	
N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR	N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR
1	32,3	37,25	19,83	4,95	5,76	17,42	11,66	2,77	61	31,4	34,11	19,66	2,71	3,15	14,45	11,30	2,78
2	22,07	25,08	14,28	3,01	3,50	10,8	7,30	3,02	62	21,53	24,05	13,31	2,52	2,93	10,74	7,81	2,76
3	25,97	28,67	16,47	2,7	3,14	12,2	9,06	2,87	63	25,56	28,02	16,73	2,46	2,86	11,29	8,43	3,03
4	31,18	35,02	18,86	3,84	4,47	16,16	11,69	2,67	64	36,5	40,45	23,46	3,95	4,59	16,99	12,40	2,94
5	34,94	38,91	22,8	3,97	4,62	16,11	11,49	3,04	65	31,93	36,42	20,71	4,49	5,22	15,71	10,49	3,04
6	36,24	38,86	23,33	2,62	3,05	15,53	12,48	2,90	66	36,75	40,64	23,53	3,89	4,52	17,11	12,59	2,92
7	45,98	49,71	29,64	3,73	4,34	20,07	15,73	2,92	67	28,77	31,75	17,73	2,98	3,47	14,02	10,55	2,73
8	50,96	55,46	33,7	4,5	5,23	21,76	16,53	3,08	68	52,15	56,03	34,39	3,88	4,51	21,64	17,13	3,04
9	36,03	39,27	22,24	3,24	3,77	17,03	13,26	2,72	69	38,55	41,55	24,59	3	3,49	16,96	13,47	2,86
10	54,66	58,96	36,42	4,3	5,00	22,54	17,54	3,12	70	17,22	19,31	11,15	2,09	2,43	8,16	5,73	3,01
11	40,11	42,76	26,56	2,65	3,08	16,2	13,12	3,06	71	33,75	36,6	21,75	2,85	3,31	14,85	11,54	2,93
12	58,03	61,85	40,11	3,82	4,44	21,74	17,30	3,35	72	22,2	24,67	13,35	2,47	2,87	11,32	8,45	2,63
13	47,84	50,87	33,31	3,03	3,52	17,56	14,04	3,41	73	49,81	54,1	33,01	4,29	4,99	21,09	16,10	3,09
14	41,05	45,4	27,34	4,35	5,06	18,06	13,00	3,16	74	42,31	45,33	27,26	3,02	3,51	18,07	14,56	2,91
15	53,97	58,4	37,21	4,43	5,15	21,19	16,04	3,36	75	24,69	26,46	17,03	1,77	2,06	9,43	7,37	3,35
16	41,07	48,48	25,52	7,41	8,62	22,96	14,34	2,86	76	43,62	46,5	29,8	2,88	3,35	16,7	13,35	3,27
17	44,41	48,28	29,2	3,87	4,50	19,08	14,58	3,05	77	42,09	45,28	28,69	3,19	3,71	16,59	12,88	3,27
18	32,15	34,77	21,27	2,62	3,05	13,5	10,45	3,08	78	55,14	58,23	38,96	3,09	3,59	19,27	15,68	3,52
19	49,21	52,39	33,69	3,18	3,70	18,7	15,00	3,28	79	75,49	79,45	52,79	3,96	4,60	26,66	22,06	3,42
20	66,62	70,66	46,47	4,04	4,70	24,19	19,49	3,42	80	48,74	51,39	34,09	2,65	3,08	17,3	14,22	3,43
21	43,49	47,61	28,93	4,12	4,79	18,68	13,89	3,13	81	53,12	57,25	35,91	4,13	4,80	21,34	16,54	3,21
22	40,19	42,41	28,18	2,22	2,58	14,23	11,65	3,45	82	38,53	40,77	26,54	2,24	2,60	14,23	11,63	3,31
23	48,44	52,21	33,21	3,77	4,38	19	14,62	3,31	83	62,23	65,15	43,13	2,92	3,40	22,02	18,62	3,34
24	32,63	36,19	19,93	3,56	4,14	16,26	12,12	2,69	84	30,05	32,02	20,82	1,97	2,29	11,2	8,91	3,37
25	48,15	51,6	33,93	3,45	4,01	17,67	13,66	3,53	85	35,52	38,1	24,39	2,58	3,00	13,71	10,71	3,32
26	33,46	36,19	22,41	2,73	3,17	13,78	10,61	3,15	86	53,98	57,44	38,13	3,46	4,02	19,31	15,29	3,53
27	67,81	71,1	47,86	3,29	3,83	23,24	19,41	3,49	87	43,5	46,12	29,9	2,62	3,05	16,22	13,17	3,30
28	41,2	44,31	27,73	3,11	3,62	16,58	12,96	3,18	88	29,18	31,14	19,76	1,96	2,28	11,38	9,10	3,21
29	31,84	34,61	21,04	2,77	3,22	13,57	10,35	3,08	89	30,52	32,9	20,63	2,38	2,77	12,27	9,50	3,21
30	39,85	43,04	27,46	3,19	3,71	15,58	11,87	3,36	90	61,78	64,01	44,16	2,23	2,59	19,85	17,26	3,58
31	27,36	30,65	16,55	3,29	3,83	14,1	10,27	2,66	91	35,69	38,73	22,87	3,04	3,53	15,86	12,33	2,90
32	21,93	23,85	14,3	1,92	2,23	9,55	7,32	3,00	92	28,34	30,04	19,88	1,7	1,98	10,16	8,18	3,46
33	35,94	39,79	21,41	3,85	4,48	18,38	13,90	2,59	93	33,77	35,68	22,83	1,91	2,22	12,85	10,63	3,18
34	40,01	42,76	27,6	2,75	3,20	15,16	11,96	3,34	94	37,41	39,98	25,96	2,57	2,99	14,02	11,03	3,39
35	28,01	32,85	15,22	4,84	5,63	17,63	12,00	2,33	95	33,19	35,05	22,34	1,86	2,16	12,71	10,55	3,15
36	38,25	41,61	26,56	3,36	3,91	15,05	11,14	3,43	96	21,39	22,84	14,95	1,45	1,69	7,89	6,20	3,45
37	18,55	20,56	11,63	2,01	2,34	8,93	6,59	2,81	97	66,52	71,52	43,44	5	5,81	28,08	22,27	2,99
38	27,39	30,36	17,28	2,97	3,45	13,08	9,63	2,85	98	28,39	30,45	18,36	2,06	2,40	12,09	9,69	2,93
39	34,49	39,89	18,95	5,4	6,28	20,94	14,66	2,35	99	19,53	21,03	13,46	1,5	1,74	7,57	5,83	3,35
40	29,88	33,27	18,74	3,39	3,94	14,53	10,59	2,82	100	27,72	29,33	18,12	1,61	1,87	11,21	9,34	2,97
41	33,18	35,55	22,16	2,37	2,76	13,39	10,63	3,12	101	23,96	25,46	16,17	1,5	1,74	9,29	7,55	3,18
42	53,5	57,68	33,5	4,18	4,86	24,18	19,32	2,77	102	41,88	43,64	29,41	1,76	2,05	14,23	12,18	3,44
43	29,91	31,9	20,22	1,99	2,31	11,68	9,37	3,19	103	57,63	60,42	40,63	2,79	3,24	19,79	16,55	3,48
44	44,4	47,25	29,32	2,85	3,31	17,93	14,62	3,04	104	49,02	51,81	31,75	2,79	3,24	20,06	16,82	2,92
45	36,28	38,89	24,45	2,61	3,03	14,44	11,41	3,18	105	34,75	36,98	23,43	2,23	2,59	13,55	10,96	3,17
46	40,5	43,62	27,7	3,12	3,63	15,92	12,29	3,29	106	23,06	24,99	15,47	1,93	2,24	9,52	7,28	3,17
47	29,05	31,36	19,18	2,31	2,69	12,18	9,49	3,06	107	30,3	31,98	19,82	1,68	1,95	12,16	10,21	2,97
48	29,96	32,72	20,09	2,76	3,21	12,63	9,42	3,18	108	28,51	30,31	17,28	1,8	2,09	13,03	10,94	2,61
49	73,93	78,55	51,42	4,62	5,37	27,13	21,76	3,40	109	35,68	38,28	24,51	2,6	3,02	13,77	10,75	3,32
50	43,72	46,49	30,67	2,77	3,22	15,82	12,60	3,47	110	30,95	33,15	21,6	2,2	2,56	11,55	8,99	3,44
51	43,83	46,65	29,8	2,82	3,28	16,85	13,57	3,23	111	27,24	29,14	19,1	1,9	2,21	10,04	7,83	3,48
52	59,27	64,14	37,59	4,87	5,66	26,55	20,89	2,84	112	30,04	32,14	20,24	2,1	2,44	11,9	9,46	3,18
53	53,01	55,98	36,07	2,97	3,45	19,91	16,46	3,22	113	24,71	26,33	15,79	1,62	1,88	10,54	8,66	2,85
54	37,49	39,88	25,35	2,39	2,78	14,53	11,75	3,19	114	28,09	30,52	19,07	2,43	2,83	11,45	8,62	3,26
55	57,63	60,04	39,34	2,41	2,80	20,7	17,90	3,22	115	36,49	38,91	23,85	2,42	2,81	15,06	12,25	2,98
56	37,87	39,92	25,63	2,05	2,38	14,29	11,91	3,18	116	32,74	34,74	22,21	2	2,33	12,53	10,20	3,21
57	32,45	34,36	22,79	1,91	2,22	11,57	9,35	3,47	117	53,8	56,96	35,31	3,16	3,67	21,65	17,98	2,99
58	49,87	54,05	34,31	4,18	4,86	19,74	14,88	3,35	118	32,43	33,99	22,52	1,56	1,81	11,47	9,66	3,36
59	45,49	48,85	30,99	3,36	3,91	17,86	13,95	3,26	119	44,98	47,57	31,01	2,59	3,01	16,56	13,55	3,32
60	39,28	41,15	28,18	1,87	2,17	12,97	10,80	3,64	120	35,41	37,69	25,03	2,28	2,65	12,66	10,01	3,54

Annexe A4 : Mesure de la MVR sur différentes coupures pour l'étude de la dégradation

BS1- 25/31,5																	
N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR	N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR
121	34	41,37	20,48	7,37	8,57	20,89	12,32	2,76	181	30,39	34,35	19,83	3,96	4,60	14,52	9,92	3,06
122	32,12	37,62	18,99	5,5	6,40	18,63	12,23	2,63	182	34,79	38,49	22,89	3,7	4,30	15,6	11,30	3,08
123	38,99	45,87	25,55	6,88	8,00	20,32	12,32	3,16	183	43,51	46,7	29,95	3,19	3,71	16,75	13,04	3,34
124	45,18	52,86	26,79	7,68	8,93	26,07	17,14	2,64	184	39,3	43,35	26,89	4,05	4,71	16,46	11,75	3,34
125	43,82	50,79	26,71	6,97	8,10	24,08	15,98	2,74	185	50,44	54,88	33,45	4,44	5,16	21,43	16,27	3,10
126	54,74	63,17	36,81	8,43	9,80	26,36	16,56	3,31	186	55,38	61,74	38,18	6,36	7,40	23,56	16,16	3,43
127	31,76	37,77	19,74	6,01	6,99	18,03	11,04	2,88	187	45,03	48,83	30,74	3,8	4,42	18,09	13,67	3,29
128	24,71	29,65	16,02	4,94	5,74	13,63	7,89	3,13	188	33,79	38,56	22,87	4,77	5,55	15,69	10,14	3,33
129	36,12	41,89	23,3	5,77	6,71	18,59	11,88	3,04	189	49,2	52,5	33,47	3,3	3,84	19,03	15,19	3,24
130	31,44	36,22	20,29	4,78	5,56	15,93	10,37	3,03	190	51,79	55,87	34,8	4,08	4,74	21,07	16,33	3,17
131	38,64	42,96	24,7	4,32	5,02	18,26	13,24	2,92	191	34,13	38,09	21,73	3,96	4,60	16,36	11,76	2,90
132	51,27	57,51	33,14	6,24	7,26	24,37	17,11	3,00	192	37,89	41,75	24,83	3,86	4,49	16,92	12,43	3,05
133	70,38	79,12	46,51	8,74	10,16	32,61	22,45	3,14	193	22,75	26,08	13,94	3,33	3,87	12,14	8,27	2,75
134	41,99	48,65	27,79	6,66	7,74	20,86	13,12	3,20	194	49,06	53,86	30,33	4,8	5,58	23,53	17,95	2,73
135	52,35	58,09	35,39	5,74	6,67	22,7	16,03	3,27	195	25,5	28,49	16,73	2,99	3,48	11,76	8,28	3,08
136	58,06	65,32	39,33	7,26	8,44	25,99	17,55	3,31	196	27,88	31,7	17,87	3,82	4,44	13,83	9,39	2,97
137	23,81	27,34	15,03	3,53	4,10	12,31	8,21	2,90	197	21,96	25,17	13,71	3,21	3,73	11,46	7,73	2,84
138	33,03	38,05	19,82	5,02	5,84	18,23	12,39	2,67	198	40,25	44,18	27,15	3,93	4,57	17,03	12,46	3,23
139	42,94	50,45	27,22	7,51	8,73	23,23	14,50	2,96	199	35,62	39,89	23,93	4,27	4,97	15,96	10,99	3,24
140	61,81	68,7	42,23	6,89	8,01	26,47	18,46	3,35	200	35,25	39,6	23,85	4,35	5,06	15,75	10,69	3,30
141	20,02	23,93	13,35	3,91	4,55	10,58	6,03	3,32	201	29,5	32,96	19,64	3,46	4,02	13,32	9,30	3,17
142	26,89	29,93	18,05	3,04	3,53	11,88	8,35	3,22	202	38,35	42	27	3,65	4,24	15	10,76	3,57
143	29,02	32,17	20,32	3,15	3,66	11,85	8,19	3,54	203	29,15	32,46	19,23	3,31	3,85	13,23	9,38	3,11
144	36,01	40,67	24,48	4,66	5,42	16,19	10,77	3,34	204	62,81	68,12	43,69	5,31	6,17	24,43	18,26	3,44
145	34,75	40,12	22,66	5,37	6,24	17,46	11,22	3,10	205	24,83	27,49	16,81	2,66	3,09	10,68	7,59	3,27
146	45,33	51,12	30,05	5,79	6,73	21,07	14,34	3,16	206	43,59	48,11	29,72	4,52	5,26	18,39	13,13	3,32
147	46,98	52	31,22	5,02	5,84	20,78	14,94	3,14	207	51,23	56,96	33,3	5,73	6,66	23,66	17,00	3,01
148	37,66	41,5	24,89	3,84	4,47	16,61	12,14	3,10	208	45,52	49,79	30,85	4,27	4,97	18,94	13,97	3,26
149	54,56	59,58	37,16	5,02	5,84	22,42	16,58	3,29	209	52,15	57,09	35,94	4,94	5,74	21,15	15,41	3,39
150	33,03	35,96	22,92	2,93	3,41	13,04	9,63	3,43	210	37,34	39,98	25,8	2,64	3,07	14,18	11,11	3,36
151	26,14	31,51	14,84	5,37	6,24	16,67	10,43	2,51	211	26,11	29,67	16,57	3,56	4,14	13,1	8,96	2,91
152	38,19	43,16	23,76	4,97	5,78	19,4	13,62	2,80	212	31,44	34,78	19,79	3,34	3,88	14,99	11,11	2,83
153	36,8	40,7	23,29	3,9	4,53	17,41	12,88	2,86	213	33,12	36,11	20,51	2,99	3,48	15,6	12,12	2,73
154	40,85	46,68	25,2	5,83	6,78	21,48	14,70	2,78	214	29,13	33,04	19,4	3,91	4,55	13,64	9,09	3,20
155	22,3	24,88	14,67	2,58	3,00	10,21	7,21	3,09	215	38,22	42,46	25,86	4,24	4,93	16,6	11,67	3,28
156	43,81	48,53	29,15	4,72	5,49	19,38	13,89	3,15	216	30,36	33,81	20,34	3,45	4,01	13,47	9,46	3,21
157	35,39	39,97	23,95	4,58	5,33	16,02	10,69	3,31	217	38,23	42,51	23,32	4,28	4,98	19,19	14,21	2,69
158	31,09	34,46	20,5	3,37	3,92	13,96	10,04	3,10	218	36,01	39,23	23,53	3,22	3,74	15,7	11,96	3,01
159	44,72	50,48	28,65	5,76	6,70	21,83	15,13	2,96	219	37,7	41,84	24,56	4,14	4,81	17,28	12,47	3,02
160	36,92	39,47	23,21	2,55	2,97	16,26	13,29	2,78	220	45,38	49,03	31,06	3,65	4,24	17,97	13,73	3,31
161	32,67	36,93	22,05	4,26	4,95	14,88	9,93	3,29	221	34,34	34,99	21,37	0,65	0,76	13,62	12,86	2,67
162	45,52	50,32	30,45	4,8	5,58	19,87	14,29	3,19	222	34,59	38,3	23,23	3,71	4,31	15,07	10,76	3,22
163	38,63	42,98	25,1	4,35	5,06	17,88	12,82	3,01	223	30,64	33,85	20,32	3,21	3,73	13,53	9,80	3,13
164	32,88	37,46	21,13	4,58	5,33	16,33	11,00	2,99	224	31,33	34,52	21,31	3,19	3,71	13,21	9,50	3,30
165	44,17	47,42	31,02	3,25	3,78	16,4	12,62	3,50	225	36,93	40,63	25,42	3,7	4,30	15,21	10,91	3,39
166	32,57	37,12	21,31	4,55	5,29	15,81	10,52	3,10	226	31,63	34,85	20,62	3,22	3,74	14,23	10,49	3,02
167	37,69	42,34	25,66	4,65	5,41	16,68	11,27	3,34	227	33,54	37,39	22,63	3,85	4,48	14,76	10,28	3,26
168	34,88	39,76	24,14	4,88	5,67	15,62	9,95	3,51	228	40,49	45,08	25,68	4,59	5,34	19,4	14,06	2,88
169	24,67	28,1	16,8	3,43	3,99	11,3	7,31	3,37	229	37,51	41,83	25,25	4,32	5,02	16,58	11,56	3,25
170	43,85	48,43	29,45	4,58	5,33	18,98	13,65	3,21	230	47,13	51,97	32,61	4,84	5,63	19,36	13,73	3,43
171	39,63	44,37	26,52	4,74	5,51	17,85	12,34	3,21	231	28,79	31,98	18,77	3,19	3,71	13,21	9,50	3,03
172	45,5	51,68	28,98	6,18	7,19	22,7	15,51	2,93	232	46,18	51,29	31,52	5,11	5,94	19,77	13,83	3,34
173	33,95	37,41	22,22	3,46	4,02	15,19	11,17	3,04	233	35,07	38,35	24,53	3,28	3,81	13,82	10,01	3,50
174	48,47	54,05	31,88	5,58	6,49	22,17	15,68	3,09	234	32,74	35,53	20,77	2,79	3,24	14,76	11,52	2,84
175	25,48	30,22	16,36	4,74	5,51	13,86	8,35	3,05	235	48,63	52,7	34,65	4,07	4,73	18,05	13,32	3,65
176	31,83	35,15	21,9	3,32	3,86	13,25	9,39	3,39	236	39,54	42,91	27,32	3,37	3,92	15,59	11,67	3,39
177	39,95	42,06	25,71	2,11	2,45	16,35	13,90	2,87	237	30,41	33,62	20,76	3,21	3,73	12,86	9,13	3,33
178	31,83	36,94	20,39	5,11	5,94	16,55	10,61	3,00	238	35,5	39,3	24,56	3,8	4,42	14,74	10,32	3,44
179	42,89	47,3	29,65	4,41	5,13	17,65	12,52	3,43	239	29,56	32,56	20,16	3	3,49	12,4	8,91	3,32
180	56,72	63,19	35,72	6,47	7,52	27,47	19,95	2,84	240	58,3	62,25	40,85	3,95	4,59	21,4	16,81	3,47

Annexe A4 : Mesure de la MVR sur différentes coupures pour l'étude de la dégradation

BS1- 25/31,5																	
N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR	N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR
241	18,1	20,99	10,93	2,89	3,36	10,06	6,70	2,70	264	37,9	42,42	25,62	4,52	2,99	16,80	13,81	2,75
242	47,14	51,05	30,06	3,91	4,55	20,99	16,44	2,87	265	35,7	38,85	23,2	3,15	2,09	15,65	13,56	2,63
243	31,63	35,63	18,67	4	4,65	16,96	12,31	2,57	266	40,14	43,79	27,23	3,65	2,42	16,56	14,14	2,84
244	43,68	48,59	29,82	4,91	5,71	18,77	13,06	3,34	267	44,46	48,79	29,85	4,33	2,87	18,94	16,07	2,77
245	22,9	25,68	14,9	2,78	3,23	10,78	7,55	3,03	268	51,74	56,51	35,18	4,77	3,16	21,33	18,17	2,85
246	18,52	21,27	11,74	2,75	3,20	9,53	6,33	2,92	269	30,09	34,66	12,93	4,57	3,03	21,73	18,70	1,61
247	35,91	39,2	24,13	3,29	3,83	15,07	11,24	3,19	270	49,39	53,77	34,15	4,38	2,90	19,62	16,72	2,95
248	31,55	35,13	20,57	3,58	4,16	14,56	10,40	3,03	271	48,07	54,13	30,77	6,06	4,01	23,36	19,35	2,48
249	22,26	24,19	14,72	1,93	2,24	9,47	7,23	3,08	272	26,46	29,16	17,6	2,7	1,79	11,56	9,77	2,71
250	43,73	47,67	30,12	3,94	4,58	17,55	12,97	3,37	273	26,32	28,62	18,37	2,3	1,52	10,25	8,73	3,02
251	63,08	68,06	43,78	4,98	5,79	24,28	18,49	3,41	274	37,19	40,98	23,33	3,79	2,51	17,65	15,14	2,46
252	57,03	62,86	38,52	5,83	6,78	24,34	17,56	3,25	275	38,69	42	26,49	3,31	2,19	15,51	13,32	2,91
253	50,13	54,46	33,07	4,33	5,03	21,39	16,36	3,07	276	40,72	44,36	27,86	3,64	2,41	16,50	14,09	2,89
254	60,96	64,7	43,42	3,74	4,35	21,28	16,93	3,60	277	47,37	51,22	31,73	3,85	2,55	19,49	16,94	2,80
255	28,81	31,12	20,33	2,31	2,69	10,79	8,10	3,56	278	62,41	68,01	41,31	5,6	3,71	26,70	22,99	2,71
256	45,55	49,45	30,32	3,9	2,58	19,13	16,55	2,75	279	27,81	30,55	19,47	2,74	1,81	11,08	9,27	3,00
257	26,38	29,96	17,35	3,58	2,37	12,61	10,24	2,58	280	98,94	106,18	67,31	7,24	4,79	38,87	34,08	2,90
258	27,09	30,29	18,54	3,2	2,12	11,75	9,63	2,81	281	48,28	54,87	29,46	6,59	4,36	25,41	21,05	2,29
259	33,66	36,8	21,76	3,14	2,08	15,04	12,96	2,60	282	66,81	71,59	46,76	4,78	3,17	24,83	21,66	3,08
260	31,48	34,35	20,03	2,87	1,90	14,32	12,42	2,53	283	47,01	50,9	31,85	3,89	2,58	19,05	16,47	2,85
261	39,88	44,94	24,93	5,06	3,35	20,01	16,66	2,39	284	39,89	43,34	26,44	3,45	2,28	16,90	14,62	2,73
262	46,08	50,38	29,61	4,3	2,85	20,77	17,92	2,57	285	38,76	42,48	26,08	3,72	2,46	16,40	13,94	2,78
263	30,83	33,85	20,98	3,02	2,00	12,87	10,87	2,84									

Annexe A4 : Mesure de la MVR sur différentes coupures pour l'étude de la dégradation

BS1- 50/63																	
N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR	N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR
1	136,27	143,1	84,89	6,85	7,97	58,23	50,26	2,71	61	138,05	150,6	89,51	12,6	14,62	61,11	46,49	2,97
2	94,53	100,5	60,07	5,92	6,88	40,38	33,50	2,82	62	105,04	115	72,6	10	11,63	42,44	30,81	3,41
3	211,45	223,7	141,3	12,27	14,27	82,38	68,11	3,10	63	122,31	133,2	80,57	10,9	12,69	52,65	39,96	3,06
4	98,51	107,5	69,06	9	10,47	38,45	27,98	3,52	64	132,84	141	92,68	8,11	9,43	48,27	38,84	3,42
5	127,05	133,8	86,01	6,75	7,85	47,79	39,94	3,18	65	128,13	137,5	89,32	9,35	10,87	48,16	37,29	3,44
6	174,17	182,4	117,4	8,25	9,59	65,07	55,48	3,14	66	115,63	125,6	74,64	9,95	11,57	50,94	39,37	2,94
7	130,86	136,9	89,44	6,04	7,02	47,46	40,44	3,24	67	125,87	136,9	80,28	11	12,78	56,58	43,80	2,87
8	125,11	132,6	82,9	7,51	8,73	49,72	40,99	3,05	68	127,57	136,1	87,8	8,49	9,87	48,26	38,39	3,32
9	116,38	123,1	79,45	6,72	7,81	43,65	35,84	3,25	69	123,34	130,1	80,72	6,78	7,88	49,4	41,52	2,97
10	143,76	150,3	99,03	6,53	7,59	51,26	43,67	3,29	70	145,54	155,4	96,26	9,9	11,51	59,18	47,67	3,05
11	115,96	125,7	81,44	9,72	11,30	44,24	32,94	3,52	71	164,33	175,2	113,1	10,9	12,62	62,04	49,42	3,32
12	104,7	115,2	65,13	10,51	12,22	50,08	37,86	2,77	72	238,19	249,5	158,8	11,3	13,13	90,66	77,53	3,07
13	199,2	208,7	136,2	9,5	11,05	72,55	61,50	3,24	73	140,08	151	89,76	10,9	12,65	61,2	48,55	2,89
14	153,8	162,1	102,8	8,27	9,62	59,29	49,67	3,10	74	168,37	180,6	108,6	12,2	14,17	71,93	57,76	2,92
15	140,99	147,3	97,85	6,31	7,34	49,45	42,11	3,35	75	123,69	134,2	78,18	10,5	12,21	56,01	43,80	2,82
16	164,2	176	114,5	11,84	13,77	61,58	47,81	3,43	76	179,1	187,7	126,1	8,6	10,00	61,64	51,64	3,47
17	168,24	177	113,6	8,73	10,15	63,42	53,27	3,16	77	129,16	138,7	76,87	9,51	11,06	61,8	50,74	2,55
18	110,03	117,9	74,9	7,85	9,13	42,98	33,85	3,25	78	121,7	129,2	78,58	7,52	8,74	50,64	41,90	2,90
19	173,76	186,3	116,3	12,53	14,57	70,03	55,46	3,13	79	144,18	152,4	98,96	8,18	9,51	53,4	43,89	3,29
20	132,03	139,5	90,87	7,49	8,71	48,65	39,94	3,31	80	172,32	182,7	110,8	10,4	12,05	71,84	59,79	2,88
21	111,32	120,3	73,86	8,93	10,38	46,39	36,01	3,09	81	163,07	171,9	110	8,84	10,28	61,88	51,60	3,16
22	124,93	132,1	87,49	7,14	8,30	44,58	36,28	3,44	82	128,71	135,9	89,78	7,2	8,37	46,13	37,76	3,41
23	205,01	219,9	139,8	14,93	17,36	80,12	62,76	3,27	83	123,48	131,6	82,38	8,12	9,44	49,22	39,78	3,10
24	93,41	98,61	61,79	5,2	6,05	36,82	30,77	3,04	84	155,25	162,4	100	7,18	8,35	62,4	54,05	2,87
25	143,59	151,9	96,28	8,34	9,70	55,65	45,95	3,12	85	139,72	146,7	93,65	6,98	8,12	53,05	44,93	3,11
26	189,73	199,3	131,6	9,56	11,12	67,69	56,57	3,35	86	129,43	138,4	87,86	8,92	10,37	50,49	40,12	3,23
27	160,48	172,5	112,2	11,98	13,93	60,27	46,34	3,46	87	158,15	168,4	111,4	10,3	11,95	57,04	45,09	3,51
28	173,39	186,1	120,2	12,66	14,72	65,84	51,12	3,39	88	153,71	165,2	104,8	11,5	13,41	60,45	47,04	3,27
29	151,13	165,9	102,1	14,75	17,15	63,79	46,64	3,24	89	159,84	169,4	113,1	9,51	11,06	56,26	45,20	3,54
30	199,91	215	135,9	15,07	17,52	79,11	61,59	3,25	90	116,99	124,3	81,3	7,26	8,44	42,95	34,51	3,39
31	109,2	121,5	70,73	12,28	14,28	50,75	36,47	2,99	91	111,67	118,6	75,91	6,9	8,02	42,66	34,64	3,22
32	105,71	116,5	64,6	10,81	12,57	51,92	39,35	2,69	92	103,44	109,7	73,55	6,28	7,30	36,17	28,87	3,58
33	109,46	118,9	72,25	9,42	10,95	46,63	35,68	3,07	93	106,66	113,6	73,96	6,89	8,01	39,59	31,58	3,38
34	135,92	142,9	94,63	6,93	8,06	48,22	40,16	3,38	94	141,83	149,3	90,35	7,51	8,73	58,99	50,26	2,82
35	163,82	175,4	109,6	11,6	13,49	65,78	52,29	3,13	95	155,84	168,2	104,7	12,4	14,41	63,49	49,08	3,18
36	152,19	163,2	103,4	10,98	12,77	59,82	47,05	3,23	96	117,85	125,2	83,38	7,36	8,56	41,83	33,27	3,54
37	98,86	108,5	62,76	9,64	11,21	45,74	34,53	2,86	97	126,14	135,5	88,03	9,36	10,88	47,47	36,59	3,45
38	94,67	102,1	60,18	7,38	8,58	41,87	33,29	2,84	98	112,6	120,2	78,02	7,56	8,79	42,14	33,35	3,38
39	188,52	196	130,2	7,52	8,74	65,83	57,09	3,30	99	114,22	120,1	78,28	5,84	6,79	41,78	34,99	3,26
40	131,82	140,5	88,31	8,72	10,14	52,23	42,09	3,13	100	177,25	186,1	125,2	8,86	10,30	60,94	50,64	3,50
41	124,87	132,7	84,59	7,78	9,05	48,06	39,01	3,20	101	104,94	113,8	69,08	8,87	10,31	44,73	34,42	3,05
42	140,92	151,1	96,21	10,15	11,80	54,86	43,06	3,27	102	112,91	118,6	74,88	5,71	6,64	43,74	37,10	3,04
43	118,65	125,1	76,99	6,4	7,44	48,06	40,62	2,92	103	135,11	147	92,49	11,8	13,77	54,46	40,69	3,32
44	221,69	232,6	155,8	10,93	12,71	76,84	64,13	3,46	104	96,7	104,2	66,47	7,49	8,71	37,72	29,01	3,33
45	136,94	146,4	91,26	9,44	10,98	55,12	44,14	3,10	105	104,5	113,3	67,74	8,78	10,21	45,54	35,33	2,96
46	114,87	121,2	74	6,31	7,34	47,18	39,84	2,88	106	121,48	129,8	84,39	8,31	9,66	45,4	35,74	3,40
47	125,99	133,4	83,76	7,38	8,58	49,61	41,03	3,07	107	116,41	122,9	82,18	6,49	7,55	40,72	33,17	3,51
48	109,92	115,5	76,6	5,54	6,44	38,86	32,42	3,39	108	130,63	140,7	85,04	10,1	11,73	55,68	43,95	2,97
49	148,18	156,4	97,71	8,18	9,51	58,65	49,14	3,02	109	119,92	128,7	82,39	8,81	10,24	46,34	36,10	3,32
50	173,09	182	116,5	8,93	10,38	65,49	55,11	3,14	110	95,52	103,1	64,66	7,56	8,79	38,42	29,63	3,22
51	230,38	244,8	155,2	14,37	16,71	89,54	72,83	3,16	111	85,11	93,19	56,16	8,08	9,40	37,03	27,63	3,08
52	170,74	178,4	112,9	7,68	8,93	65,54	56,61	3,02	112	111,91	119,4	76,76	7,49	8,71	42,64	33,93	3,30
53	169,09	176,4	117,5	7,3	8,49	58,93	50,44	3,35	113	105,9	113,2	72,88	7,3	8,49	40,32	31,83	3,33
54	118,21	124,8	77,19	6,56	7,63	47,58	39,95	2,96	114	129,29	135,1	89,06	5,85	6,80	46,08	39,28	3,29
55	160,8	169,4	108,6	8,6	10,00	60,84	50,84	3,16	115	98,62	106,6	70,04	7,94	9,23	36,52	27,29	3,61
56	181,47	189,4	129,8	7,96	9,26	59,62	50,36	3,60	116	132,23	140,3	88,22	8,05	9,36	52,06	42,70	3,10
57	135,77	141,5	94,13	5,74	6,67	47,38	40,71	3,34	117	106,62	114,6	74,43	8,02	9,33	40,21	30,88	3,45
58	98,25	103,8	66,55	5,51	6,41	37,21	30,80	3,19	118	112,27	119,5	73,11	7,26	8,44	46,42	37,98	2,96
59	158,73	170,1	104,9	11,38	13,23	65,17	51,94	3,06	119	102,9	110,2	68,22	7,34	8,53	42,02	33,49	3,07
60	145,95	155,9	100,3	9,98	11,60	55,61	44,01	3,32	120	101,18	107,5	65,93	6,31	7,34	41,56	34,22	2,96

Annexe A4 : Mesure de la MVR sur différentes coupures pour l'étude de la dégradation

BS1- 50/63																	
N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR	N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR
121	95,32	103,7	59,67	8,36	5,54	44,01	38,47	2,48	155	65,27	72,16	39,3	6,89	8,01	32,86	24,85	2,63
122	171,26	182,4	114,1	11,11	7,36	68,31	60,95	2,81	156	101,58	112	64,05	10,4	12,10	47,94	35,84	2,83
123	79,65	85,24	50,83	5,59	3,70	34,41	30,71	2,59	157	203,02	227,9	141,7	24,9	28,95	86,18	57,23	3,55
124	221,64	233,1	142,7	11,42	7,56	90,4	82,84	2,68	158	155,35	168,9	107,1	13,5	15,70	61,72	46,02	3,38
125	89,91	97,38	55,6	7,47	4,95	41,78	36,83	2,44	159	165,79	177,9	111,1	12,2	14,13	66,8	52,67	3,15
126	282,17	301,6	183,6	19,39	12,84	118	####	2,68	160	185,46	197,9	124,5	12,5	14,51	73,44	58,93	3,15
127	174,3	187,4	116	13,1	8,68	71,39	62,71	2,78	161	105,65	112,4	73,3	6,77	7,87	39,12	31,25	3,38
128	125,99	136,8	83,38	10,82	7,17	53,43	46,26	2,72	162	191,94	203,3	134,2	11,4	13,23	69,14	55,91	3,43
129	128,46	137,2	85,92	8,76	5,80	51,3	45,50	2,82	163	208,33	219,8	144,9	11,5	13,38	74,91	61,53	3,39
130	155,4	165,7	109,5	10,29	6,81	56,15	49,34	3,15	164	152,38	165,9	108,3	13,5	15,71	57,63	41,92	3,63
131	226,17	238,7	155,3	12,56	8,32	83,4	75,08	3,01	165	207,69	218,5	147,6	10,8	12,58	70,96	58,38	3,56
132	124,03	131,4	83,08	7,37	4,88	48,32	43,44	2,86	166	216,32	225,2	144,9	8,87	10,31	80,33	70,02	3,09
133	165,93	177,5	111,6	11,57	7,66	65,95	58,29	2,85	167	179,93	193,2	117	13,3	15,45	76,25	60,80	2,96
134	112,93	120,3	75,65	7,37	4,88	44,65	39,77	2,84	168	137,6	145,5	95,68	7,93	9,22	49,85	40,63	3,39
135	134,67	145,4	90,39	10,71	7,09	54,99	47,90	2,81	169	192,27	202,8	128,6	10,5	12,24	74,2	61,96	3,10
136	152,81	163,9	102,2	11,13	7,37	61,77	54,40	2,81	170	281,5	294,3	179,9	12,8	14,87	114,37	99,50	2,83
137	201,22	218,5	137,3	17,31	11,46	81,26	69,80	2,88	171	220,95	230,3	154,9	9,38	10,91	75,45	64,54	3,42
138	185,4	194,5	124,5	9,05	5,99	69,93	63,94	2,90	172	227,25	236,8	157,6	9,5	11,05	79,13	68,08	3,34
139	153,14	162,9	102	9,76	6,46	60,92	54,46	2,81	173	215,5	222,4	150,1	6,87	7,99	72,26	64,27	3,35
140	154,09	163,5	104,1	9,4	6,23	59,4	53,17	2,90	174	201,85	212,5	136,3	10,7	12,40	76,24	63,84	3,16
141	163,35	172,4	109,9	9,04	5,99	62,45	56,46	2,89	175	199,63	212,9	127	13,2	15,38	85,82	70,44	2,83
142	153,28	161,6	105,5	8,28	5,48	56,07	50,59	3,03	176	162,4	170,6	106,4	8,18	9,51	64,2	54,69	2,97
143	138,8	149,8	90,62	10,98	7,27	59,16	51,89	2,67	177	247,2	268,5	165,2	21,3	24,71	103,28	78,57	3,15
144	178,48	187	122,2	8,56	5,67	64,86	59,19	3,02	178	197,89	209,3	135,8	11,4	13,30	73,53	60,23	3,29
145	256,67	270,9	178,4	14,26	9,44	92,55	83,11	3,09	179	251,26	265,8	175,9	14,6	16,92	89,92	73,00	3,44
146	161,73	167,8	109,2	6,1	4,04	58,6	54,56	2,96	180	194,11	205,3	131	11,2	12,97	74,31	61,34	3,16
147	178,8	190,5	118,1	11,7	7,75	72,37	64,62	2,77	181	156,98	166,3	105,6	9,27	10,78	60,65	49,87	3,15
148	239,83	254,7	161	14,85	9,83	93,7	83,87	2,86	182	179,94	188,7	120,5	8,77	10,20	68,24	58,04	3,10
149	201,52	210,9	141	9,37	6,21	69,86	63,65	3,17	183	228,1	239,2	152	11,1	12,90	87,15	74,25	3,07
150	80,83	90,41	53,79	9,58	11,14	36,62	25,48	3,17	184	143,9	152,1	101	8,21	9,55	51,12	41,57	3,46
151	170,81	181,4	114,5	10,54	12,26	66,88	54,62	3,13	185	211,21	222,3	147,2	11,1	12,94	75,13	62,19	3,40
152	109,94	120,8	69,14	10,89	12,66	51,69	39,03	2,82	186	171,57	183,2	115,8	11,6	13,52	67,42	53,90	3,18
153	249,07	267,4	163,9	18,33	21,31	103,5	82,20	3,03	187	197,12	205,5	134	8,35	9,71	71,48	61,77	3,19
154	100,06	109,1	64,13	9	10,47	44,93	34,46	2,90	188	154,52	160,2	102,7	5,63	6,55	57,49	50,94	3,03

Annexe A4 : Masses des grains de BS1 10/12,5 pour étude de la MVR et de la dégradation

100°C										80°C									
N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms	N°	Ms
1	1,65	54	2,17	107	2,18	160	2,07	213	3,37	1	2,8	54	2,41	107	1,52	160	3,48	213	2,64
2	1,32	55	1,73	108	2,02	161	2,32	214	2,83	2	1,84	55	3,51	108	2,04	161	3,12	214	1,64
3	1,11	56	1,47	109	2,21	162	2,06	215	3,22	3	1,54	56	2,56	109	2,13	162	2,52	215	2,36
4	1,52	57	1,35	110	2,2	163	1,75	216	3,53	4	1,79	57	2,92	110	1,96	163	3,21	216	3,08
5	1,66	58	2,38	111	2,19	164	2,8	217	3,44	5	1,84	58	1,8	111	1,79	164	2,91	217	1,39
6	2,92	59	1,78	112	2,24	165	2,69	218	2,49	6	2,25	59	2,77	112	2,78	165	2,33	218	2,35
7	1,93	60	1,37	113	2,06	166	1,74	219	1,94	7	2,05	60	1,9	113	2,32	166	4,81	219	2,64
8	2,24	61	2,1	114	2,7	167	2,25	220	2,51	8	2,48	61	1,72	114	3,91	167	3,63	220	2,05
9	2,18	62	2,23	115	1,66	168	3,43	221	1,7	9	2,66	62	1,62	115	3,5	168	3,17	221	1,74
10	1,81	63	1,54	116	2,63	169	2,51	222	3,4	10	1,8	63	1,87	116	2,85	169	3,65	222	2,05
11	3,06	64	2,2	117	1,61	170	1,12	223	2,23	11	2,39	64	1,99	117	2,69	170	2,8	223	3,34
12	2,01	65	2,35	118	1,41	171	2,5	224	2,09	12	2,7	65	2,75	118	3,65	171	3,31	224	2,91
13	1,43	66	1,55	119	1,42	172	2,13	225	1,88	13	1,89	66	2,19	119	2,55	172	3,35	225	1,94
14	1,44	67	2,52	120	3,58	173	2,93	226	2,26	14	2,12	67	2,21	120	3,62	173	3,06	226	2,56
15	1,46	68	1,62	121	2,48	174	3,05	227	2,67	15	3,02	68	2,33	121	2,03	174	2,05	227	2,07
16	2,02	69	1,78	122	2	175	2,91	228	2,16	16	3,06	69	3,09	122	2,6	175	1,47	228	2,22
17	2,79	70	1,98	123	1,48	176	3,16	229	2,69	17	1,92	70	1,5	123	1,67	176	1,53	229	3,18
18	1,56	71	2,33	124	1,94	177	2,31	230	2,49	18	1,88	71	1,9	124	2,59	177	3,63	230	3,09
19	1,69	72	2,72	125	1,3	178	1,92	231	3,23	19	2,63	72	2,58	125	2,95	178	2,5	231	2,6
20	2,23	73	2,37	126	1,87	179	3,53	232	3,31	20	2,18	73	4,57	126	3,12	179	2,13	232	3,35
21	1,48	74	1,79	127	1,52	180	1,72	233	1,29	21	2,37	74	2,97	127	3,07	180	2,64	233	2,21
22	2,56	75	2,46	128	2,75	181	2,76	234	2,48	22	2,57	75	3	128	1,35	181	2,71	234	2,16
23	1,48	76	1,93	129	2,45	182	2,21	235	2,5	23	3,13	76	2,66	129	1,96	182	1,87	235	2,69
24	1,21	77	1,51	130	2,12	183	2,27	236	2,17	24	1,9	77	2,28	130	2,95	183	2,47	236	2,64
25	1,27	78	2,82	131	2,17	184	3,21	237	1,98	25	1,79	78	2,18	131	3,41	184	2,56	237	2,22
26	2,12	79	2,56	132	2,1	185	2,56	238	1,99	26	1,99	79	1,81	132	2,58	185	2,94	238	2,97
27	1,28	80	2,27	133	2,65	186	1,9	239	3,33	27	2,05	80	3,15	133	2,39	186	1,92	239	4,32
28	2,08	81	2,84	134	2,2	187	1,96	240	2,35	28	2,25	81	2,43	134	1,98	187	1,83	240	4,69
29	1,94	82	2,14	135	2,04	188	2,24	241	2,18	29	3,16	82	1,61	135	2,27	188	1,78		
30	1,9	83	1,86	136	1,114	189	3,66	242	1,8	30	2,32	83	4,02	136	2,24	189	2,22		
31	2,81	84	3,01	137	3,33	190	4,91	243	2,52	31	1,41	84	4,14	137	2,86	190	1,55		
32	3,15	85	1,56	138	3,74	191	1,91	244	1,65	32	1,34	85	2,87	138	2,61	191	2,22		
33	2,28	86	1,93	139	3,02	192	2,81	245	2,21	33	2,18	86	2,04	139	2,38	192	2,39		
34	2,57	87	2,61	140	3,18	193	2,09	246	1,67	34	2,37	87	2,14	140	3,68	193	3,38		
35	2,29	88	2,6	141	2,2	194	2,26	247	1,67	35	1,94	88	2,97	141	2,49	194	3,14		
36	2,17	89	1,92	142	2,23	195	3,34	248	1,75	36	3,15	89	1,59	142	2,96	195	2,2		
37	3,41	90	2,54	143	2,96	196	1,91	249	2,58	37	1,61	90	2,65	143	3,1	196	2,87		
38	2,06	91	2,51	144	2,98	197	1,02	250	2,29	38	2,32	91	2,61	144	1,81	197	3,03		
39	2,91	92	1,56	145	2,38	198	2,4	251	2,7	39	1,66	92	4,16	145	2,72	198	4,09		
40	1,61	93	2,85	146	3,54	199	2,09	252	2,29	40	2,45	93	3,05	146	3,77	199	2,36		
41	2,41	94	2,34	147	3,62	200	2,22	253	2,34	41	1,53	94	2,93	147	4,36	200	2,22		
42	1,74	95	2,06	148	2,53	201	2,3	254	3,51	42	1,89	95	2,25	148	2,93	201	3,59		
43	2,48	96	2,85	149	3,23	202	2,45	255	1,65	43	2,28	96	1,71	149	2,13	202	3,27		
44	2,46	97	2,33	150	3,09	203	2,24	256	1,51	44	1,41	97	2,94	150	2,32	203	2,1		
45	2,7	98	2,45	151	2,62	204	2,71	257	1,93	45	3,05	98	2,88	151	2,74	204	1,51		
46	2,09	99	2,75	152	2,95	205	1,85	258	2,03	46	1,95	99	2,73	152	2,93	205	1,67		
47	1,15	100	1,48	153	2,09	206	2,45	259	1,29	47	2,1	100	2,7	153	1,82	206	2,87		
48	1,61	101	2,05	154	2,79	207	0,92	260	1,73	48	1,5	101	1,85	154	3,38	207	2,47		
49	2,38	102	3,06	155	2,79	208	2,06	261	1,33	49	3,03	102	3,22	155	2,75	208	2,72		
50	1,71	103	1,62	156	2,64	209	1,83	262	1,99	50	1,98	103	2,13	156	3,7	209	2,94		
51	2,71	104	1,66	157	2,66	210	1,76	263	2,02	51	2,36	104	2,96	157	2,37	210	2,28		
52	3,51	105	1,6	158	2,09	211	2,44	264	2,97	52	1,89	105	1,99	158	3,13	211	2,11		
53	1,05	106	2,3	159	1,41	212	3,7			53	2,92	106	3,3	159	3,14	212	2,89		

Annexe A4 : Masses des grains de BS1 10/12,5 pour étude de la MVR et de la dégradation

60°C										40°C									
N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s	N°	M _s
1	1,97	54	2,47	107	2,14	160	2,23	213	3,08	1	1,97	54	2,31	107	2,15	160	2,99	213	2,1
2	1,74	55	2,15	108	1,95	161	3,54	214	3,14	2	1,66	55	3,78	108	1,96	161	3,334	214	2,57
3	1,92	56	2,26	109	2,62	162	2,42	215	1,73	3	1,71	56	1,92	109	2,07	162	2,52	215	2,23
4	2,58	57	2,21	110	1,79	163	1,58	216	1,45	4	1,4	57	1,68	110	2,55	163	3,61	216	1,51
5	2,5	58	2,11	111	2,32	164	3,43	217	2,32	5	1,54	58	3,06	111	2,67	164	3,9	217	2,15
6	2,17	59	2,43	112	2,49	165	2,87	218	2,47	6	1,87	59	2,26	112	3,15	165	2,51	218	3,14
7	2,55	60	1,83	113	2,15	166	2,02	219	2,55	7	2,57	60	2,81	113	2,34	166	2,7	219	2,87
8	2,36	61	1,6	114	2,43	167	2,63	220	3,15	8	1,26	61	3,55	114	2,83	167	1,76	220	2,17
9	1,46	62	1,98	115	3,04	168	3,4	221	2,65	9	2,12	62	2,13	115	2,44	168	3,34	221	2,27
10	1,74	63	2,23	116	2,3	169	2,3	222	1,86	10	1,73	63	1,7	116	3,17	169	3,91	222	3,13
11	2,33	64	2,2	117	2,94	170	2,46	223	2,07	11	2,54	64	1,48	117	3,36	170	1,89	223	2,91
12	2,73	65	1,51	118	2,06	171	3,28	224	2,84	12	1,71	65	2,02	118	2,9	171	2,96	224	3,3
13	1,26	66	2,4	119	2,37	172	2,37	225	3,49	13	1,62	66	3,23	119	3,57	172	3,66	225	3,31
14	2,31	67	3,29	120	2,33	173	2,47	226	2,19	14	2,09	67	1,39	120	1,91	173	2,34	226	2,14
15	1,41	68	1,6	121	1,9	174	2,23	227	2,91	15	2,21	68	2,12	121	2,62	174	2,04	227	3,15
16	2,34	69	1,86	122	1,88	175	2,58	228	2,6	16	1,57	69	1,78	122	2,08	175	2,9	228	3,42
17	2,94	70	2,06	123	1,89	176	2,61	229	3,43	17	2,01	70	1,65	123	3,27	176	2,28	229	2,5
18	2,59	71	1,64	124	1,73	177	2,5	230	3,22	18	2,03	71	2,12	124	1,53	177	2,46	230	3,15
19	1,53	72	2,95	125	1,82	178	2,92	231	1,84	19	1,42	72	1,81	125	2,46	178	1,96	231	3,28
20	2,03	73	1,77	126	2,13	179	3,38	232	2,81	20	1,19	73	1,5	126	2,47	179	1,65	232	3,41
21	2,18	74	2,26	127	2,18	180	2,59	233	3,66	21	2,35	74	1,98	127	1,87	180	1,71	233	1,71
22	1,85	75	2,59	128	2,63	181	2,65	234	4,57	22	1,92	75	1,68	128	2,22	181	1,95	234	3,17
23	1,54	76	2,7	129	3,18	182	2,9	235	3,11	23	1,67	76	3,48	129	1,9	182	2,53	235	2,94
24	1,26	77	1,72	130	2,27	183	3,16	236	3,4	24	2,06	77	2,42	130	2,78	183	2,01	236	3,33
25	1,92	78	2,73	131	2,57	184	3,07	237	2,75	25	1,53	78	3,1	131	3,81	184	1,98	237	2,3
26	1,72	79	2,04	132	2,08	185	2,73	238	2,78	26	1,62	79	3,25	132	2,17	185	3,09	238	2,48
27	1,88	80	1,32	133	2,06	186	2,47	239	1,81	27	2,63	80	2,25	133	2,56	186	1,8	239	2,76
28	3,08	81	2,23	134	2,7	187	2,49	240	1,81	28	2,69	81	2,79	134	2,85	187	1,7	240	1,9
29	3,32	82	2,71	135	2,57	188	3,33	241	1,81	29	1,6	82	3,16	135	1,93	188	2,82	241	2,6
30	2,18	83	2,07	136	2,32	189	2,22	242	1,81	30	1,81	83	2,86	136	2,38	189	2,38	242	2,9
31	2,43	84	2,64	137	2,66	190	2,45	243	1,81	31	1,57	84	1,94	137	1,53	190	1,43	243	2,68
32	1,92	85	3,54	138	1,65	191	2,78	244	1,81	32	2,71	85	3,38	138	2,22	191	2,15	244	1,91
33	3,09	86	1,69	139	2,13	192	1,63	245	1,81	33	2,18	86	1,92	139	1,77	192	2,07	245	2,39
34	1,85	87	2,57	140	3,47	193	2,18	246	1,81	34	1,59	87	2,23	140	2,14	193	2,76	246	2,13
35	2,87	88	2,98	141	3,56	194	2,21	247	1,81	35	2,36	88	3,15	141	1,24	194	2,14	247	2,1
36	2,04	89	2,84	142	2,42	195	1,96	248	1,81	36	1,82	89	2,25	142	2,1	195	2,38	248	2,53
37	1,97	90	2,11	143	2,08	196	2,3	249	1,81	37	1,74	90	2,35	143	2,7	196	2,19	249	2,5
38	2,14	91	2,05	144	20,9	197	2,99	250	1,81	38	2,33	91	2,6	144	2,99	197	1,81	250	3,23
39	2,82	92	3,55	145	1,78	198	1,64	251	1,81	39	2,16	92	1,89	145	2,22	198	2,82	251	1,64
40	1,13	93	34,11	146	2,94	199	1,92	252	1,81	40	2,17	93	2,55	146	1,78	199	2,96	252	1,7
41	2,27	94	3,27	147	2,51	200	2,06	253	1,81	41	1,58	94	3,43	147	2,82	200	3,51	253	3,06
42	2,75	95	2,59	148	2,98	201	1,87	254	1,81	42	1,89	95	3,3	148	1,97	201	2,46	254	2,12
43	2,07	96	1,95	149	3,27	202	1,8	255	1,81	43	2,83	96	3,59	149	2,87	202	1,61	255	2,62
44	2,65	97	2,04	150	2,63	203	2,37	256	1,81	44	1,88	97	1,78	150	3,05	203	1,78	256	2,18
45	1,91	98	2,2	151	1,62	204	2,56	257	4,17	45	2,02	98	2,04	151	1,71	204	2,63	257	2,05
46	1,2	99	2,71	152	2,2	205	2,31			46	3,71	99	2,71	152	3,23	205	2,18	258	3,93
47	1,46	100	3,34	153	3,09	206	2,33			47	3,16	100	2,08	153	2,77	206	5,06	259	4,57
48	1,84	101	1,82	154	2,16	207	1,48			48	3,36	101	2,94	154	3,62	207	2,72		
49	1,7	102	2,29	155	1,51	208	2,54			49	2,09	102	1,7	155	2,9	208	2,2		
50	1,84	103	1,68	156	2,9	209	1,94			50	1,51	103	1,96	156	2,45	209	2,27		
51	1,79	104	1,34	157	1,82	210	2,75			51	1,93	104	1,97	157	2,13	210	2,7		
52	2,73	105	3,22	158	2,3	211	2,84			52	2,08	105	1,7	158	1,38	211	3,07		
53	2,83	106	1,86	159	1,79	212	2,47			53	2,48	106	1,29	159	1,1	212	2,96		

Annexe A4 : Mesure de la MVR sur différentes coupures pour l'étude de la dégradation

BS2- 25/31,5																	
N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR	N°	M _s	M _{sp}	M' _{sp}	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR
1	38	45	25	6,3	2,09	19	17,35	2,21	61	23	29	10,9	5,9	1,97	17,6	15,67	1,45
2	26	31	15	4,8	1,61	16	14,24	1,85	62	31	37	18,7	5,5	1,85	18,3	16,47	1,91
3	44	49	27	5,6	1,87	22	20,32	2,14	63	31	35	20	3,2	1,05	14,6	13,51	2,33
4	28	32	17	4,6	1,54	16	14,11	1,95	64	45	50	29,3	4,8	1,59	20,9	19,34	2,35
5	41	47	25	6,6	2,19	22	19,63	2,07	65	49	53	31,3	4,5	1,51	21,9	20,39	2,39
6	25	29	16	3,2	1,08	13	11,74	2,15	66	37	41	24,5	3,4	1,15	16,2	15,04	2,48
7	53	61	35	7,8	2,61	26	23,03	2,31	67	46	51	30,2	4,7	1,58	20,8	19,21	2,41
8	29	34	19	4,2	1,41	15	13,43	2,19	68	31	35	20,4	4,1	1,37	15,1	13,70	2,29
9	48	55	32	7,1	2,38	24	21,16	2,27	69	28	32	17,8	3,9	1,30	14,3	13,01	2,17
10	40	44	26	4,7	1,56	19	17,20	2,31	70	30	33	18,9	3,4	1,13	14,3	13,15	2,26
11	37	42	24	4,8	1,59	18	16,28	2,26	71	32	36	20,1	4,5	1,49	16	14,48	2,18
12	34	38	23	4,2	1,39	15	13,89	2,42	72	65	69	42,6	4,9	1,63	26,9	25,23	2,56
13	36	41	23	5	1,67	18	16,60	2,19	73	53	58	35,3	4,9	1,65	23,1	21,44	2,49
14	42	47	28	4,3	1,44	19	17,13	2,48	74	35	39	23,3	3,9	1,31	15,7	14,38	2,44
15	39	42	27	3,7	1,25	16	14,68	2,64	75	57	64	36,9	6,7	2,24	26,9	24,70	2,31
16	34	38	22	4	1,32	16	14,19	2,36	76	44	49	28,3	5	1,68	20,2	18,54	2,35
17	29	33	17	4,1	1,36	15	14,08	2,03	77	34	37	21,9	3,5	1,18	15,5	14,29	2,37
18	49	54	33	4,6	1,52	21	19,13	2,58	78	40	44	25,6	4,8	1,59	18,7	17,07	2,31
19	42	46	29	4,3	1,42	17	15,63	2,67	79	39	43	26,3	3,8	1,27	16,8	15,53	2,53
20	46	51	30	5,3	1,75	21	19,19	2,37	80	34	38	22,9	3,5	1,15	15,1	13,93	2,48
21	46	51	30	5,2	1,73	21	19,25	2,39	81	48	54	32,5	5,7	1,90	21,5	19,60	2,46
22	38	42	26	3,7	1,23	16	14,75	2,57	82	54	60	36,5	5,9	1,97	23,6	21,65	2,50
23	54	59	36	4,8	1,60	23	21,41	2,52	83	39	43	27,4	3,5	1,16	15,3	14,11	2,78
24	39	42	27	3,1	1,02	15	14,22	2,75	84	29	32	19,6	2,4	0,81	12	11,23	2,60
25	42	46	29	3,9	1,29	17	15,98	2,65	85	42	46	29,1	3,3	1,10	16,7	15,55	2,73
26	39	43	27	4	1,32	16	14,70	2,65	86	40	42	27,4	2,6	0,88	14,9	13,97	2,84
27	39	44	26	4,3	1,42	18	16,08	2,45	87	41	44	28,3	3	1,01	15,9	14,85	2,77
28	52	57	36	5,4	1,80	22	19,89	2,62	88	29	32	20	2,2	0,73	11,5	10,77	2,73
29	64	70	43	6,6	2,19	28	25,44	2,51	89	45	50	30,6	5,1	1,70	19,3	17,63	2,54
30	46	50	31	4,7	1,57	20	18,02	2,54	90	70	77	47	7	2,32	30,4	28,07	2,51
31	21	26	10	5,1	1,71	16	14,49	1,47	91	26	31	14,2	4,8	1,59	16,6	15,02	1,73
32	33	38	21	4,3	1,43	17	15,37	2,16	92	31	35	19,6	4,3	1,44	15,3	13,90	2,20
33	46	52	30	5,8	1,95	22	20,27	2,27	93	37	42	23,8	5,1	1,70	18	16,33	2,25
34	35	40	22	4,5	1,49	18	16,45	2,15	94	24	29	15	4,4	1,48	13,6	12,08	1,99
35	26	30	14	3,7	1,22	16	14,96	1,74	95	39	43	25,6	4	1,34	17,4	16,10	2,42
36	24	30	13	5,3	1,76	16	14,72	1,66	96	38	39	22,1	1,6	0,54	17,3	16,71	2,26
37	46	50	30	4,2	1,41	20	18,18	2,51	97	33	37	20,7	4,6	1,52	16,8	15,32	2,15
38	43	46	28	3,6	1,21	18	17,16	2,48	98	21	24	13,9	2,7	0,90	10,1	9,18	2,32
39	41	45	27	4,5	1,49	19	17,08	2,39	99	35	39	23,3	4	1,34	16,2	14,85	2,39
40	47	51	31	3,8	1,27	20	18,75	2,51	100	33	37	20,6	3,9	1,31	16,3	14,95	2,20
41	38	42	25	4,3	1,43	17	15,49	2,46	101	34	38	22,1	3,8	1,28	15,8	14,49	2,35
42	50	53	33	3,4	1,14	20	19,17	2,61	102	35	38	23,2	3,7	1,22	15	13,74	2,51
43	43	48	28	5,1	1,68	20	18,11	2,36	103	36	40	24,3	3,7	1,22	15,3	14,10	2,55
44	42	47	29	4,3	1,45	18	16,53	2,56	104	32	35	21,8	3	1,01	13,3	12,28	2,61
45	40	45	26	4,9	1,63	19	17,82	2,27	105	30	34	19,5	4,3	1,43	14,5	13,09	2,27
46	28	31	18	3,6	1,20	13	12,08	2,30	106	28	32	18	4,2	1,40	14,3	12,92	2,17
47	29	32	19	2,9	0,98	13	11,71	2,49	107	35	40	23,1	5,2	1,73	17,4	15,70	2,25
48	50	55	33	4,9	1,65	22	20,46	2,46	108	42	47	27,8	4,7	1,57	18,8	17,25	2,43
49	33	37	22	4	1,32	15	13,30	2,46	109	30	33	20,1	2,8	0,94	12,6	11,68	2,56
50	39	43	26	4,2	1,38	17	15,55	2,50	110	42	47	28,3	4,8	1,59	18,3	16,71	2,50
51	34	37	23	3,3	1,10	14	13,29	2,56	111	38	43	24,6	4,4	1,46	18,2	16,75	2,29
52	61	66	42	4,8	1,59	24	22,01	2,77	112	33	36	21,5	3,1	1,02	14,2	13,19	2,48
53	44	49	27	4,6	1,52	22	20,30	2,19	113	33	36	22,2	2,9	0,96	13,4	12,42	2,63
54	36	39	24	3,4	1,13	15	13,95	2,54	114	25	27	17,3	2,2	0,72	9,6	8,88	2,78
55	33	36	22	2,9	0,95	14	12,94	2,58	115	53	59	34,1	6,4	2,12	25	22,88	2,31
56	38	41	26	2,9	0,98	15	13,77	2,74	116	47	52	32,3	4,8	1,59	19,5	17,94	2,63
57	32	35	21	2,7	0,91	14	12,82	2,48	117	31	36	21,3	4,5	1,50	14,6	13,14	2,39
58	39	43	27	3,7	1,22	16	14,94	2,62	118	30	32	20,6	2,4	0,81	11,5	10,70	2,77
59	42	45	30	3	1,01	16	14,56	2,90	119	27	29	18,7	2	0,67	10,2	9,56	2,81
60	38	41	27	3	1,01	14	13,33	2,88	120	27	29	19,1	2,2	0,72	10,2	9,46	2,86

Annexe A4 : Mesure de la MVR sur différentes coupures pour l'étude de la dégradation

BS3- 25/31,5																	
N°	M _s	M _{sp}	M' sp	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR	N°	M _s	M _{sp}	M' sp	m _{para}	V _{para}	V _{total}	V _é	MVR
1	46,45	52,51	27,84	6,06	2,02	24,67	22,65	2,05	61	16,17	19,47	8,88	3,3	1,10	10,59	9,49	1,70
2	22,4	26,15	12,3	3,75	1,25	13,85	12,60	1,78	62	31,25	34,76	20,18	3,51	1,17	14,58	13,41	2,33
3	34,77	39,58	21,92	4,81	1,60	17,66	16,06	2,17	63	27,67	30,63	17,42	2,96	0,99	13,21	12,22	2,26
4	34,82	39,72	19,51	4,9	1,63	20,21	18,58	1,87	64	47,35	52,07	30,67	4,72	1,57	21,4	19,83	2,39
5	23,59	27,38	13,54	3,79	1,26	13,84	12,58	1,88	65	49,25	55,24	29,52	5,99	2,00	25,72	23,72	2,08
6	24,69	28,78	15,96	4,09	1,36	12,82	11,46	2,16	66	38,12	42,21	25,42	4,09	1,36	16,79	15,43	2,47
7	32,23	37,05	19,99	4,82	1,61	17,06	15,45	2,09	67	18,83	22,45	12,09	3,62	1,21	10,36	9,15	2,06
8	21,34	24,5	11,52	3,16	1,05	12,98	11,93	1,79	68	33,92	36,69	22,6	2,77	0,92	14,09	13,17	2,58
9	46,78	51,36	31,38	4,58	1,53	19,98	18,45	2,54	69	40,05	44,78	26,23	4,73	1,58	18,55	16,97	2,36
10	36,9	43,9	19,28	7	2,33	24,62	22,29	1,66	70	48,11	54,1	31,17	5,99	2,00	22,93	20,93	2,30
11	33,9	37,31	21,86	3,41	1,14	15,45	14,31	2,37	71	25	28,25	16,3	3,25	1,08	11,95	10,87	2,30
12	30,72	33,88	19,58	3,16	1,05	14,3	13,25	2,32	72	50,49	54,8	33,83	4,31	1,44	20,97	19,53	2,58
13	44,19	50,23	27,52	6,04	2,01	22,71	20,70	2,14	73	35,85	38,89	24,36	3,04	1,01	14,53	13,52	2,65
14	37,95	41,31	25,69	3,36	1,12	15,62	14,50	2,62	74	49,28	54,39	31,75	5,11	1,70	22,64	20,94	2,35
15	45	51,37	28,66	6,37	2,12	22,71	20,59	2,19	75	48,13	52,89	31,79	4,76	1,59	21,1	19,51	2,47
16	35,92	40,54	23,08	4,62	1,54	17,46	15,92	2,26	76	49,44	54,34	32,35	4,9	1,63	21,99	20,36	2,43
17	34,42	37,8	23,07	3,38	1,13	14,73	13,60	2,53	77	38,43	41,85	24,24	3,42	1,14	17,61	16,47	2,33
18	23,96	26,11	16,24	2,15	0,72	9,87	9,15	2,62	78	51,03	54,13	35,64	3,1	1,03	18,49	17,46	2,92
19	36,64	40,21	23,68	3,57	1,19	16,53	15,34	2,39	79	31,81	35,02	21,29	3,21	1,07	13,73	12,66	2,51
20	29,59	32,37	19,81	2,78	0,93	12,56	11,63	2,54	80	26,98	29,65	18	2,67	0,89	11,65	10,76	2,51
21	64,48	70,27	43,19	5,79	1,93	27,08	25,15	2,56	81	51,45	55,92	31,48	4,47	1,49	24,44	22,95	2,24
22	33,46	36,57	22,51	3,11	1,04	14,06	13,02	2,57	82	36,23	40,82	23,55	4,59	1,53	17,27	15,74	2,30
23	38,79	44,1	25,7	5,31	1,77	18,4	16,63	2,33	83	36,41	39,91	24,08	3,5	1,17	15,83	14,66	2,48
24	36,83	41,67	23,69	4,84	1,61	17,98	16,37	2,25	84	64,17	69,51	43,26	5,34	1,78	26,25	24,47	2,62
25	21,34	23,61	14,15	2,27	0,76	9,46	8,70	2,45	85	45,79	49,58	30,46	3,79	1,26	19,12	17,86	2,56
26	46,53	49,85	31,98	3,32	1,11	17,87	16,76	2,78	86	45,42	49,15	30,16	3,73	1,24	18,99	17,75	2,56
27	67,91	72,86	46,78	4,95	1,65	26,08	24,43	2,78	87	47,46	50,76	32,92	3,3	1,10	17,84	16,74	2,84
28	41,74	45,21	28,27	3,47	1,16	16,94	15,78	2,64	88	38,71	41,76	26,25	3,05	1,02	15,51	14,49	2,67
29	65,16	69,71	44,63	4,55	1,52	25,08	23,56	2,77	89	47,62	50,7	33,03	3,08	1,03	17,67	16,64	2,86
30	43,36	47,15	29,33	3,79	1,26	17,82	16,56	2,62	90	59,77	63,44	42,8	3,67	1,22	20,64	19,42	3,08
31	24,5	28,63	13,99	4,13	1,38	14,64	13,26	1,85	91	30,86	34,16	20,36	3,3	1,10	13,8	12,70	2,43
32	30,56	35,36	18,26	4,8	1,60	17,1	15,50	1,97	92	29,62	32,85	19,85	3,23	1,08	13	11,92	2,48
33	28,01	32,11	18,15	4,1	1,37	13,96	12,59	2,22	93	25,85	28,56	16,88	2,71	0,90	11,68	10,78	2,40
34	28,84	32,28	19,45	3,44	1,15	12,83	11,68	2,47	94	25,6	29,9	15,56	4,3	1,43	14,34	12,91	1,98
35	27,61	31,05	17,31	3,44	1,15	13,74	12,59	2,19	95	24,17	26,99	15,18	2,82	0,94	11,81	10,87	2,22
36	30,76	35,51	19,65	4,75	1,58	15,86	14,28	2,15	96	34,09	38,57	20,1	4,48	1,49	18,47	16,98	2,01
37	39,24	46,22	25,28	6,98	2,33	20,94	18,61	2,11	97	38,45	43,17	25,74	4,72	1,57	17,43	15,86	2,42
38	38,87	43,32	26,22	4,45	1,48	17,1	15,62	2,49	98	30,85	34,48	21,44	3,63	1,21	13,04	11,83	2,61
39	42,55	46,94	28,46	4,39	1,46	18,48	17,02	2,50	99	36,36	40,45	22,76	4,09	1,36	17,69	16,33	2,23
40	47,01	53,23	30,87	6,22	2,07	22,36	20,29	2,32	100	53,04	57,54	35,71	4,5	1,50	21,83	20,33	2,61
41	49,66	55,26	32,31	5,6	1,87	22,95	21,08	2,36	101	46,09	50,6	31,24	4,51	1,50	19,36	17,86	2,58
42	67,38	77,57	41,78	10,19	3,40	35,79	32,39	2,08	102	35,15	38,38	23,57	3,23	1,08	14,81	13,73	2,56
43	36	40,63	22,83	4,63	1,54	17,8	16,26	2,21	103	35,17	38,64	23,3	3,47	1,16	15,34	14,18	2,48
44	34,44	38,98	21,82	4,54	1,51	17,16	15,65	2,20	104	40,8	43,93	28,05	3,13	1,04	15,88	14,84	2,75
45	34,84	38,98	22,81	4,14	1,38	16,17	14,79	2,36	105	39,68	43,13	27,62	3,45	1,15	15,51	14,36	2,76
46	41,4	46,19	26,25	4,79	1,60	19,94	18,34	2,26	106	38,04	40,22	26,08	2,18	0,73	14,14	13,41	2,84
47	34,33	39,31	22,44	4,98	1,66	16,87	15,21	2,26	107	48,26	51,91	32,39	3,65	1,22	19,52	18,30	2,64
48	32,87	37,43	21,39	4,56	1,52	16,04	14,52	2,26	108	67,1	72,51	45,1	5,41	1,80	27,41	25,61	2,62
49	44,3	50,37	27,25	6,07	2,02	23,12	21,10	2,10	109	32,14	34,7	21,72	2,56	0,85	12,98	12,13	2,65
50	45,55	50,73	30,12	5,18	1,73	20,61	18,88	2,41	110	33,93	36,65	23,35	2,72	0,91	13,3	12,39	2,74
51	35,88	40,13	23,61	4,25	1,42	16,52	15,10	2,38	111	41,65	44,48	28,16	2,83	0,94	16,32	15,38	2,71
52	38,5	42,29	26,62	3,79	1,26	15,67	14,41	2,67	112	23,86	26,74	15,63	2,88	0,96	11,11	10,15	2,35
53	44,28	48,66	28,96	4,38	1,46	19,7	18,24	2,43	113	31,49	33,74	21,65	2,25	0,75	12,09	11,34	2,78
54	33,28	37,53	21,98	4,25	1,42	15,55	14,13	2,35	114	28,84	31,13	19,23	2,29	0,76	11,9	11,14	2,59
55	55,1	60,47	37,59	5,37	1,79	22,88	21,09	2,61	115	42,54	46,08	28,83	3,54	1,18	17,25	16,07	2,65
56	51,04	55,07	35,18	4,03	1,34	19,89	18,55	2,75	116	29,84	31,98	20,74	2,14	0,71	11,24	10,53	2,83
57	51,06	55,66	35,25	4,6	1,53	20,41	18,88	2,70	117	28,14	29,93	20	1,79	0,60	9,93	9,33	3,02
58	45,44	48,85	31,27	3,41	1,14	17,58	16,44	2,76	118	38,85	41,37	25,35	2,52	0,84	16,02	15,18	2,56
59	42,33	45,71	28,95	3,38	1,13	16,76	15,63	2,71	119	30,13	33,05	19,5	2,92	0,97	13,55	12,58	2,40
60	75	80,57	51,61	5,57	1,86	28,96	27,10	2,77	120	35,02	37,54	24,3	2,52	0,84	13,24	12,40	2,82

Annexe A5 : Mesure de la dégradation des grains ; préparation des échantillons fins



Pesée des échantillons secs



**Immersion des échantillons
dans les seaux**



**Placement de seaux
hématisques aux différentes
températures.**

Annexe A6 : Mesure de la dégradation des grains; expérimentation sur des échantillons grenus



**10/12,5 - état initial
Numérotation**



**50/63, 100°C
Chaux libérée**



**Agitation
Titration de la chaux libérée**



**50/63, 10 jours, 60°C
Suivi de la dégradation**

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS1- 40/63															
100°C								80°C							
N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés		N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés	
						Σseaux	/seau							Σseaux	/seau
1	136,27	50,26	2,71	2	1	3,24	17,38	61	138,05	46,49	2,97	12	1	3,53	19,00
40	131,82	42,09	3,13	6	1	3,14	17,87	105	104,50	35,33	2,96	11	3	2,67	18,32
94	141,83	50,26	2,82	3	3	3,38	18,33	48	109,92	32,42	3,39	11	3	2,81	19,27
117	106,62	30,88	3,45	4	3	2,54	16,76	19	173,76	55,46	3,13	7	4	4,44	27,29
120	101,18	34,22	2,96	22	3	2,41	17,21	96	117,85	33,27	3,54	9	9	3,01	17,78
25	143,59	45,95	3,12	3	4	3,42	18,55	8	125,11	40,99	3,05	7	24	3,20	19,65
52	170,74	56,61	3,02	5	4	4,06	25,07	46	114,87	39,84	2,88	7	33	0,00	0,00
102	112,91	37,10	3,04	6	4	2,69	15,31	93	106,66	31,58	3,38	7	33	0,00	0,00
13	199,20	61,50	3,24	3	7	4,74	25,74	107	116,41	33,17	3,51	7	33	0,00	0,00
15	140,99	42,11	3,35	5	7	3,36	20,70	78	121,70	41,90	2,90	8	33	0,00	0,00
75	123,69	43,80	2,82	4	11	2,94	19,44	59	158,73	51,94	3,06	8	33	0,00	0,00
104	96,70	29,01	3,33	4	16	2,30	15,20	50	173,09	55,11	3,14	8	33	0,00	0,00
3	211,45	68,11	3,10	2	33	0,00	0,00	90	116,99	34,51	3,39	8	33	0,00	0,00
16	164,20	47,81	3,43	2	33	0,00	0,00	11	115,96	32,94	3,52	8	33	0,00	0,00
18	110,03	33,85	3,25	5	33	0,00	0,00	43	118,65	40,62	2,92	9	33	0,00	0,00
22	124,93	36,28	3,44	3	33	0,00	0,00	33	109,46	35,68	3,07	9	33	0,00	0,00
26	189,73	56,57	3,35	6	33	0,00	0,00	81	163,07	51,60	3,16	9	33	0,00	0,00
27	160,48	46,34	3,46	5	33	0,00	0,00	88	153,71	47,04	3,27	9	33	0,00	0,00
30	199,91	61,59	3,25	4	33	0,00	0,00	32	105,71	39,35	2,69	13	33	0,00	0,00
31	109,20	36,47	2,99	4	33	0,00	0,00	83	123,48	39,78	3,10	13	33	0,00	0,00
36	152,19	47,05	3,23	2	33	0,00	0,00	86	129,43	40,12	3,23	13	33	0,00	0,00
37	98,86	34,53	2,86	5	33	0,00	0,00	103	135,11	40,69	3,32	13	33	0,00	0,00
67	125,87	43,80	2,87	6	33	0,00	0,00	64	132,84	38,84	3,42	13	33	0,00	0,00
71	164,33	49,42	3,32	3	33	0,00	0,00	111	85,11	27,63	3,08	11	33	0,00	0,00
95	155,84	49,08	3,18	22	33	0,00	0,00	5	127,05	39,94	3,18	11	33	0,00	0,00
100	177,25	50,64	3,50	6	33	0,00	0,00	10	143,76	43,67	3,29	11	33	0,00	0,00
109	119,92	36,10	3,32	2	33	0,00	0,00	14	153,80	49,67	3,10	12	33	0,00	0,00
114	129,29	39,28	3,29	22	33	0,00	0,00	41	124,87	39,01	3,20	12	33	0,00	0,00
115	98,62	27,29	3,61	22	33	0,00	0,00	39	188,52	57,09	3,30	12	33	0,00	0,00
119	102,90	33,49	3,07	22	33	0,00	0,00	106	121,48	35,74	3,40	12	33	0,00	0,00
60°C								40°C							
97	126,14	36,59	3,45	15,00	7	3,13	20,74	116	132,23	42,70	3,10	24	7	2,83	21,61
55	160,80	50,84	3,16	21,00	9	3,99	24,86	28	173,39	51,12	3,39	23	18	3,72	28,28
57	135,77	40,71	3,34	16,00	9	3,37	18,94	79	144,18	43,89	3,29	10	28	3,09	15,91
53	169,09	50,44	3,35	17,00	11	4,20	23,78	73	140,08	48,55	2,89	19	33	0,00	0,00
85	139,72	44,93	3,11	14,00	14	3,47	22,14	70	145,54	47,67	3,05	19	33	0,00	0,00
66	115,63	39,37	2,94	21,00	33	0,00	0,00	6	174,17	55,48	3,14	19	33	0,00	0,00
47	125,99	41,03	3,07	21,00	33	0,00	0,00	34	135,92	40,16	3,38	19	33	0,00	0,00
42	140,92	43,06	3,27	21,00	33	0,00	0,00	4	98,51	27,98	3,52	19	33	0,00	0,00
92	103,44	28,87	3,58	21,00	33	0,00	0,00	74	168,37	57,76	2,92	20	33	0,00	0,00
12	104,70	37,86	2,77	14,00	33	0,00	0,00	63	122,31	39,96	3,06	20	33	0,00	0,00
7	130,86	40,44	3,24	14,00	33	0,00	0,00	17	168,24	53,27	3,16	20	33	0,00	0,00
68	127,57	38,39	3,32	14,00	33	0,00	0,00	23	205,01	62,76	3,27	20	33	0,00	0,00
65	128,13	37,29	3,44	14,00	33	0,00	0,00	89	159,84	45,20	3,54	20	33	0,00	0,00
2	94,53	33,50	2,82	15,00	33	0,00	0,00	118	112,27	37,98	2,96	10	33	0,00	0,00
108	130,63	43,95	2,97	15,00	33	0,00	0,00	72	238,19	77,53	3,07	10	33	0,00	0,00
29	151,13	46,64	3,24	15,00	33	0,00	0,00	51	230,38	72,83	3,16	10	33	0,00	0,00
113	105,90	31,83	3,33	15,00	33	0,00	0,00	56	181,47	50,36	3,60	10	33	0,00	0,00
38	94,67	33,29	2,84	16,00	33	0,00	0,00	77	129,16	50,74	2,55	1	33	0,00	0,00
49	148,18	49,14	3,02	16,00	33	0,00	0,00	45	136,94	44,14	3,10	1	33	0,00	0,00
9	116,38	35,84	3,25	16,00	33	0,00	0,00	91	111,67	34,64	3,22	1	33	0,00	0,00
44	221,69	64,13	3,46	16,00	33	0,00	0,00	60	145,95	44,01	3,32	1	33	0,00	0,00
84	155,25	54,05	2,87	17,00	33	0,00	0,00	62	105,04	30,81	3,41	1	33	0,00	0,00
24	93,41	30,77	3,04	17,00	33	0,00	0,00	54	118,21	39,95	2,96	23	33	0,00	0,00
99	114,22	34,99	3,26	17,00	33	0,00	0,00	21	111,32	36,01	3,09	23	33	0,00	0,00
76	179,10	51,64	3,47	17,00	33	0,00	0,00	58	98,25	30,80	3,19	23	33	0,00	0,00
80	172,32	59,79	2,88	18,00	33	0,00	0,00	112	111,91	33,93	3,30	23	33	0,00	0,00
101	104,94	34,42	3,05	18,00	33	0,00	0,00	69	123,34	41,52	2,97	24	33	0,00	0,00
35	163,82	52,29	3,13	18,00	33	0,00	0,00	110	95,52	29,63	3,22	24	33	0,00	0,00
98	112,60	33,35	3,38	18,00	33	0,00	0,00	20	132,03	39,94	3,31	24	33	0,00	0,00
87	158,15	45,09	3,51	18,00	33	0,00	0,00	82	128,71	37,76	3,41	24	33	0,00	0,00

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS1 - 25/31,5 - Série 1															
100°C								80°C							
N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés		N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés	
						Σseaux	/seau							Σseaux	/seau
26	33,46	10,61	3,15	2	1	2,89	5,84	27	67,81	19,41	3,49	4	1	6,04	11,28
79	75,49	22,06	3,42	2	1	6,53	13,17	33	35,94	13,90	2,59	3	5	3,20	6,89
95	33,19	10,55	3,15	1	1	2,87	5,69	18	32,15	10,45	3,08	3	5	2,86	6,17
7	45,98	15,73	2,92	1	5	3,98	7,88	105	34,75	10,96	3,17	4	5	3,10	5,78
23	48,44	14,62	3,31	1	5	4,19	8,30	63	25,56	8,43	3,03	4	6	2,28	4,25
32	21,93	7,32	3,00	1	5	1,90	3,76	114	28,09	8,62	3,26	3	6	2,50	5,39
45	36,28	11,41	3,18	2	5	3,14	6,33	64	36,50	12,40	2,94	4	7	3,25	6,07
51	43,83	13,57	3,23	2	5	3,79	7,65	44	44,40	14,62	3,04	4	7	3,96	7,39
53	53,01	16,46	3,22	1	5	4,58	9,08	8	50,96	16,53	3,08	4	7	4,54	8,48
69	38,55	13,47	2,86	2	5	3,33	6,73	36	38,25	11,14	3,43	4	7	3,41	6,37
47	29,05	9,49	3,06	2	9	2,51	5,07	102	41,88	12,18	3,44	4	7	3,73	6,97
62	21,53	7,81	2,76	2	9	1,86	3,76	85	35,52	10,71	3,32	3	9	3,16	6,81
11	40,11	13,12	3,06	1	33	0,00	0,00	118	32,43	9,66	3,36	4	9	2,89	5,40
12	58,03	17,30	3,35	2	33	0,00	0,00	59	45,49	13,95	3,26	4	14	4,05	7,57
14	41,05	13,00	3,16	2	33	0,00	0,00	106	23,06	7,28	3,17	3	23	2,05	4,42
20	66,62	19,49	3,42	1	33	0,00	0,00	108	28,51	10,94	2,61	4	33	0,00	0,00
35	28,01	12,00	2,33	1	33	0,00	0,00	1	32,30	11,66	2,77	3	33	0,00	0,00
39	34,49	14,66	2,35	2	33	0,00	0,00	42	53,50	19,32	2,77	4	33	0,00	0,00
48	29,96	9,42	3,18	1	33	0,00	0,00	16	41,07	14,34	2,86	3	33	0,00	0,00
50	43,72	12,60	3,47	1	33	0,00	0,00	3	25,97	9,06	2,87	4	33	0,00	0,00
56	37,87	11,91	3,18	1	33	0,00	0,00	98	28,39	9,69	2,93	3	33	0,00	0,00
57	32,45	9,35	3,47	2	33	0,00	0,00	2	22,07	7,30	3,02	3	33	0,00	0,00
60	39,28	10,80	3,64	2	33	0,00	0,00	29	31,84	10,35	3,08	3	33	0,00	0,00
67	28,77	10,55	2,73	1	33	0,00	0,00	54	37,49	11,75	3,19	3	33	0,00	0,00
70	17,22	5,73	3,01	2	33	0,00	0,00	43	29,91	9,37	3,19	4	33	0,00	0,00
71	33,75	11,54	2,93	2	33	0,00	0,00	119	44,98	13,55	3,32	4	33	0,00	0,00
82	38,53	11,63	3,31	2	33	0,00	0,00	30	39,85	11,87	3,36	3	33	0,00	0,00
90	61,78	17,26	3,58	1	33	0,00	0,00	80	48,74	14,22	3,43	3	33	0,00	0,00
99	19,53	5,83	3,35	1	33	0,00	0,00	111	27,24	7,83	3,48	3	33	0,00	0,00
113	24,71	8,66	2,85	1	33	0,00	0,00	103	57,63	16,55	3,48	3	33	0,00	0,00
60°C								40°C							
6	36,24	12,48	2,90	6	2	3,31	6,45	4	31,18	11,69	2,67	7	33	0,00	0
88	29,18	9,10	3,21	5	5	2,66	5,46	40	29,88	10,59	2,82	7	33	0,00	0
15	53,97	16,04	3,36	5	5	4,92	10,10	52	59,27	20,89	2,84	7	33	0,00	0
77	42,09	12,88	3,27	6	5	3,84	7,49	104	49,02	16,82	2,92	7	33	0,00	0
100	27,72	9,34	2,97	5	9	2,53	5,19	97	66,52	22,27	2,99	7	33	0,00	0
76	43,62	13,35	3,27	5	9	3,98	8,16	68	52,15	17,13	3,04	7	33	0,00	0
5	34,94	11,49	3,04	5	12	3,19	6,54	41	33,18	10,63	3,12	7	33	0,00	0
84	30,05	8,91	3,37	5	12	2,74	5,62	93	33,77	10,63	3,18	7	33	0,00	0
78	55,14	15,68	3,52	5	12	5,03	10,31	89	30,52	9,50	3,21	7	33	0,00	0
65	31,93	10,49	3,04	6	12	2,91	5,69	19	49,21	15,00	3,28	7	33	0,00	0
83	62,23	18,62	3,34	6	12	5,68	11,08	46	40,50	12,29	3,29	7	33	0,00	0
34	40,01	11,96	3,34	6	12	3,65	7,12	75	24,69	7,37	3,35	7	33	0,00	0
109	35,68	10,75	3,32	5	14	3,25	6,67	49	73,93	21,76	3,40	7	33	0,00	0
10	54,66	17,54	3,12	6	26	4,99	9,73	22	40,19	11,65	3,45	7	33	0,00	0
72	22,20	8,45	2,63	5	33	0,00	0,00	86	53,98	15,29	3,53	7	33	0,00	0
61	31,40	11,30	2,78	5	33	0,00	0,00	24	32,63	12,12	2,69	8	33	0,00	0
91	35,69	12,33	2,90	5	33	0,00	0,00	9	36,03	13,26	2,72	8	33	0,00	0
107	30,30	10,21	2,97	5	33	0,00	0,00	38	27,39	9,63	2,85	8	33	0,00	0
73	49,81	16,10	3,09	5	33	0,00	0,00	66	36,75	12,59	2,92	8	33	0,00	0
101	23,96	7,55	3,18	5	33	0,00	0,00	117	53,80	17,98	2,99	8	33	0,00	0
110	30,95	8,99	3,44	5	33	0,00	0,00	17	44,41	14,58	3,05	8	33	0,00	0
31	27,36	10,27	2,66	6	33	0,00	0,00	21	43,49	13,89	3,13	8	33	0,00	0
37	18,55	6,59	2,81	6	33	0,00	0,00	28	41,20	12,96	3,18	8	33	0,00	0
74	42,31	14,56	2,91	6	33	0,00	0,00	81	53,12	16,54	3,21	8	33	0,00	0
115	36,49	12,25	2,98	6	33	0,00	0,00	55	57,63	17,90	3,22	8	33	0,00	0
112	30,04	9,46	3,18	6	33	0,00	0,00	87	43,50	13,17	3,30	8	33	0,00	0
116	32,74	10,20	3,21	6	33	0,00	0,00	58	49,87	14,88	3,35	8	33	0,00	0
94	37,41	11,03	3,39	6	33	0,00	0,00	13	47,84	14,04	3,41	8	33	0,00	0
96	21,39	6,20	3,45	6	33	0,00	0,00	92	28,34	8,18	3,46	8	33	0,00	0
25	48,15	13,66	3,53	6	33	0,00	0,00	120	35,41	10,01	3,54	8	33	0,00	0

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS1 - 25/31,5 - Série 2													
100°C								80°C					
N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés		N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture
						Σseaux	/seau						
2	32,12	12,23	2,63	1	1	2,92	5,80	74	49,06	17,95	2,73	7	1
32	38,19	13,62	2,80	1	1	3,47	6,90	68	33,79	10,14	3,33	4	3
112	46,18	13,83	3,34	1	1	4,20	8,34	106	31,63	10,49	3,02	7	3
113	35,07	10,01	3,50	1	1	3,19	6,34	36	43,81	13,89	3,15	4	6
18	33,03	12,39	2,67	3	1	3,00	6,04	45	44,17	12,62	3,50	4	8
35	22,30	7,21	3,09	3	1	2,03	4,08	7	31,76	11,04	2,88	7	8
110	47,13	13,73	3,43	3	1	4,28	8,61	4	45,18	17,14	2,64	4	33
97	38,23	14,21	2,69	1	3	3,47	6,91	93	33,12	12,12	2,73	4	33
46	32,57	10,52	3,10	3	3	2,96	5,95	77	21,96	7,73	2,84	4	33
64	39,30	11,75	3,34	1	6	3,57	7,10	52	45,50	15,51	2,93	4	33
67	45,03	13,67	3,29	3	6	4,09	8,23	10	31,44	10,37	3,03	4	33
6	54,74	16,56	3,31	1	15	4,97	9,89	61	30,39	9,92	3,06	4	33
34	40,85	14,70	2,78	1	33	0,00	0,00	3	38,99	12,32	3,16	4	33
17	23,81	8,21	2,90	1	33	0,00	0,00	14	41,99	13,12	3,20	4	33
65	50,44	16,27	3,10	1	33	0,00	0,00	109	37,51	11,56	3,25	4	33
81	29,50	9,30	3,17	1	33	0,00	0,00	100	45,38	13,73	3,31	4	33
96	30,36	9,46	3,21	1	33	0,00	0,00	116	39,54	11,67	3,39	4	33
80	35,25	10,69	3,30	1	33	0,00	0,00	84	62,81	18,26	3,44	4	33
49	24,67	7,31	3,37	1	33	0,00	0,00	71	34,13	11,76	2,90	7	33
48	34,88	9,95	3,51	1	33	0,00	0,00	87	51,23	17,00	3,01	7	33
1	34,00	12,32	2,76	3	33	0,00	0,00	55	25,48	8,35	3,05	7	33
99	37,70	12,47	3,02	3	33	0,00	0,00	38	31,09	10,04	3,10	7	33
9	36,12	11,88	3,04	3	33	0,00	0,00	103	30,64	9,80	3,13	7	33
62	34,79	11,30	3,08	3	33	0,00	0,00	13	70,38	22,45	3,14	7	33
28	37,66	12,14	3,10	3	33	0,00	0,00	26	45,33	14,34	3,16	7	33
83	29,15	9,38	3,11	3	33	0,00	0,00	42	45,52	14,29	3,19	7	33
94	29,13	9,09	3,20	3	33	0,00	0,00	119	29,56	8,91	3,32	7	33
51	39,63	12,34	3,21	3	33	0,00	0,00	90	37,34	11,11	3,36	7	33
78	40,25	12,46	3,23	3	33	0,00	0,00	59	42,89	12,52	3,43	7	33
115	48,63	13,32	3,65	3	33	0,00	0,00	23	29,02	8,19	3,54	7	33
60°C								40°C					
56	31,83	9,39	3,39	5	1	2,82	5,87	43	38,63	12,82	3,01	6	17
69	49,20	15,19	3,24	5	3	4,36	9,07	111	28,79	9,50	3,03	2	28
37	35,39	10,69	3,31	5	6	3,14	6,53	31	26,14	10,43	2,51	2	33
60	56,72	19,95	2,84	5	8	5,03	10,46	114	32,74	11,52	2,84	2	33
76	27,88	9,39	2,97	5	8	2,47	5,14	33	36,80	12,88	2,86	2	33
104	31,33	9,50	3,30	8	8	2,78	5,34	19	42,94	14,50	2,96	2	33
57	39,95	13,90	2,87	8	20	3,54	6,81	12	51,27	17,11	3,00	2	33
101	34,34	12,86	2,67	5	24	3,04	6,33	98	36,01	11,96	3,01	2	33
25	34,75	11,22	3,10	5	28	3,08	6,41	50	43,85	13,65	3,21	2	33
73	22,75	8,27	2,75	8	28	2,02	3,88	79	35,62	10,99	3,24	2	33
92	31,44	11,11	2,83	5	33	0,00	0,00	95	38,22	11,67	3,28	2	33
108	40,49	14,06	2,88	5	33	0,00	0,00	63	43,51	13,04	3,34	2	33
8	24,71	7,89	3,13	5	33	0,00	0,00	47	37,69	11,27	3,34	2	33
85	24,83	7,59	3,27	5	33	0,00	0,00	20	61,81	18,46	3,35	2	33
29	54,56	16,58	3,29	5	33	0,00	0,00	66	55,38	16,16	3,43	2	33
41	32,67	9,93	3,29	5	33	0,00	0,00	82	38,35	10,76	3,57	2	33
117	30,41	9,13	3,33	5	33	0,00	0,00	91	26,11	8,96	2,91	6	33
30	33,03	9,63	3,43	5	33	0,00	0,00	11	38,64	13,24	2,92	6	33
5	43,82	15,98	2,74	8	33	0,00	0,00	39	44,72	15,13	2,96	6	33
40	36,92	13,29	2,78	8	33	0,00	0,00	58	31,83	10,61	3,00	6	33
44	32,88	11,00	2,99	8	33	0,00	0,00	75	25,50	8,28	3,08	6	33
53	33,95	11,17	3,04	8	33	0,00	0,00	54	48,47	15,68	3,09	6	33
72	37,89	12,43	3,05	8	33	0,00	0,00	27	46,98	14,94	3,14	6	33
88	45,52	13,97	3,26	8	33	0,00	0,00	70	51,79	16,33	3,17	6	33
16	58,06	17,55	3,31	8	33	0,00	0,00	102	34,59	10,76	3,22	6	33
21	20,02	6,03	3,32	8	33	0,00	0,00	22	26,89	8,35	3,22	6	33
24	36,01	10,77	3,34	8	33	0,00	0,00	107	33,54	10,28	3,26	6	33
89	52,15	15,41	3,39	8	33	0,00	0,00	15	52,35	16,03	3,27	6	33
105	36,93	10,91	3,39	8	33	0,00	0,00	86	43,59	13,13	3,32	6	33
120	58,30	16,81	3,47	8	33	0,00	0,00	118	35,50	10,32	3,44	6	33

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS2 - 25/31,5															
100°C								80°C							
N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés		N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés	
						Σseaux	/seau							Σseaux	/seau
97	32,94	11,55	2,85	1	1	2,70	5,07	72	64,53	21,17	3,05	8	1	5,66	11,03
64	45,41	15,37	2,95	1	1	3,72	6,99	103	35,95	11,05	3,25	7	3	3,15	6,48
81	48,29	14,88	3,24	1	1	3,95	7,43	88	29,35	8,95	3,28	8	3	2,57	5,01
22	37,98	11,70	3,25	3	1	3,11	6,64	56	37,75	11,33	3,33	8	8	3,31	6,45
50	38,82	12,10	3,21	1	3	3,18	5,98	106	28,10	9,45	2,97	7	17	2,47	5,07
35	26,07	11,92	2,19	3	3	2,13	4,56	17	28,52	10,68	2,67	7	20	2,50	5,14
14	42,45	13,54	3,14	3	3	3,47	7,42	4	27,58	10,29	2,68	7	33	0,00	0,00
96	37,76	15,38	2,46	1	33	0,00	0,00	77	33,87	11,37	2,98	7	33	0,00	0,00
65	48,70	16,62	2,93	1	33	0,00	0,00	10	39,71	13,31	2,98	7	33	0,00	0,00
42	49,99	16,33	3,06	1	33	0,00	0,00	33	46,02	15,42	2,98	7	33	0,00	0,00
112	32,68	10,65	3,07	1	33	0,00	0,00	46	27,76	9,09	3,05	7	33	0,00	0,00
48	50,26	16,37	3,07	1	33	0,00	0,00	39	40,89	13,36	3,06	7	33	0,00	0,00
23	53,98	17,44	3,10	1	33	0,00	0,00	16	33,55	10,91	3,08	7	33	0,00	0,00
80	34,48	11,06	3,12	1	33	0,00	0,00	74	35,03	11,12	3,15	7	33	0,00	0,00
1	38,25	12,14	3,15	1	33	0,00	0,00	90	70,47	22,31	3,16	7	33	0,00	0,00
7	53,29	16,52	3,23	1	33	0,00	0,00	58	39,11	11,92	3,28	7	33	0,00	0,00
113	32,71	10,02	3,26	1	33	0,00	0,00	87	41,17	12,35	3,33	7	33	0,00	0,00
28	52,07	15,41	3,38	1	33	0,00	0,00	119	26,87	7,88	3,41	7	33	0,00	0,00
62	31,47	11,88	2,65	3	33	0,00	0,00	36	24,37	10,34	2,36	8	33	0,00	0,00
94	24,09	8,41	2,86	3	33	0,00	0,00	3	43,52	15,66	2,78	8	33	0,00	0,00
115	52,78	17,62	3,00	3	33	0,00	0,00	32	33,22	11,82	2,81	8	33	0,00	0,00
78	39,51	13,13	3,01	3	33	0,00	0,00	45	40,38	13,78	2,93	8	33	0,00	0,00
67	46,22	15,29	3,02	3	33	0,00	0,00	8	29,44	9,92	2,97	8	33	0,00	0,00
99	35,45	11,50	3,08	3	33	0,00	0,00	57	31,84	10,57	3,01	8	33	0,00	0,00
55	33,41	10,58	3,16	3	33	0,00	0,00	73	53,40	17,35	3,08	8	33	0,00	0,00
51	34,02	10,56	3,22	3	33	0,00	0,00	105	29,75	9,52	3,13	8	33	0,00	0,00
30	45,76	14,10	3,25	3	33	0,00	0,00	29	63,77	19,98	3,19	8	33	0,00	0,00
110	41,80	12,77	3,27	3	33	0,00	0,00	104	32,03	9,76	3,28	8	33	0,00	0,00
19	41,78	12,11	3,45	3	33	0,00	0,00	89	44,85	13,39	3,35	8	33	0,00	0,00
83	39,20	11,21	3,50	3	33	0,00	0,00	120	27,09	7,66	3,54	8	33	0,00	0,00
60°C								40°C							
40	47,11	15,59	3,02	4	3	4,18	8,43	49	32,72	10,03	3,26	2	1	2,95	5,97
24	39,16	11,69	3,35	4	3	3,48	7,01	44	42,26	12,93	3,27	2	15	3,81	7,72
53	44,49	16,51	2,70	5	8	3,95	7,84	79	39,24	12,37	3,17	2	28	3,54	7,17
108	41,88	13,33	3,14	5	28	3,72	7,38	31	21,34	10,25	2,08	2	33	0,00	0,00
61	22,67	10,78	2,10	4	33	0,00	0,00	34	35,45	12,75	2,78	2	33	0,00	0,00
100	32,87	11,68	2,81	4	33	0,00	0,00	5	40,65	14,17	2,87	2	33	0,00	0,00
71	31,56	10,78	2,93	4	33	0,00	0,00	111	38,38	13,11	2,93	2	33	0,00	0,00
13	36,40	12,43	2,93	4	33	0,00	0,00	76	43,52	14,37	3,03	2	33	0,00	0,00
93	36,69	12,09	3,04	4	33	0,00	0,00	95	39,00	12,78	3,05	2	33	0,00	0,00
68	31,37	10,30	3,04	4	33	0,00	0,00	66	37,26	12,19	3,06	2	33	0,00	0,00
84	29,18	9,20	3,17	4	33	0,00	0,00	98	21,29	6,93	3,07	2	33	0,00	0,00
41	38,03	11,93	3,19	4	33	0,00	0,00	82	54,19	16,76	3,23	2	33	0,00	0,00
109	29,87	9,35	3,19	4	33	0,00	0,00	15	38,70	11,58	3,34	2	33	0,00	0,00
12	33,64	10,44	3,22	4	33	0,00	0,00	26	38,97	11,40	3,42	2	33	0,00	0,00
25	42,31	12,77	3,31	4	33	0,00	0,00	114	24,69	7,09	3,48	2	33	0,00	0,00
116	47,11	14,00	3,37	4	33	0,00	0,00	91	26,04	11,08	2,35	6	33	0,00	0,00
52	60,93	18,07	3,37	4	33	0,00	0,00	6	25,29	9,06	2,79	6	33	0,00	0,00
2	26,42	10,25	2,58	5	33	0,00	0,00	70	29,75	10,35	2,87	6	33	0,00	0,00
69	28,18	9,79	2,88	5	33	0,00	0,00	75	57,11	19,13	2,99	6	33	0,00	0,00
63	31,42	10,89	2,89	5	33	0,00	0,00	11	36,79	12,31	2,99	6	33	0,00	0,00
92	30,63	10,33	2,97	5	33	0,00	0,00	38	42,65	14,16	3,01	6	33	0,00	0,00
101	34,02	11,32	3,01	5	33	0,00	0,00	43	42,65	13,92	3,06	6	33	0,00	0,00
21	45,94	14,95	3,07	5	33	0,00	0,00	20	45,52	14,82	3,07	6	33	0,00	0,00
37	45,71	14,67	3,12	5	33	0,00	0,00	107	35,31	11,41	3,10	6	33	0,00	0,00
47	29,19	9,27	3,15	5	33	0,00	0,00	27	39,41	12,55	3,14	6	33	0,00	0,00
9	48,13	15,25	3,16	5	33	0,00	0,00	54	35,50	11,14	3,19	6	33	0,00	0,00
18	49,35	15,35	3,22	5	33	0,00	0,00	102	34,51	10,72	3,22	6	33	0,00	0,00
85	42,43	12,80	3,31	5	33	0,00	0,00	86	39,61	11,78	3,36	6	33	0,00	0,00
117	31,45	9,42	3,34	5	33	0,00	0,00	118	29,69	8,70	3,41	6	33	0,00	0,00
60	38,33	10,81	3,55	5	33	0,00	0,00	59	42,18	12,06	3,50	6	33	0,00	0,00

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS3 - 25/31,5															
100°C								80°C							
N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés		N°	Ms	Vr	MVR	seau	jour rupture	% cassés	
						Σseaux	/seau							Σseaux	/seau
15	45,00	15,30	2,94	1	1	3,98	7,94	3	34,77	12,07	2,88	7	1	2,87	5,68
33	28,01	9,19	3,05	1	1	2,48	4,94	103	35,17	11,31	3,11	7	1	2,90	5,74
97	38,45	11,94	3,22	1	1	3,40	6,78	104	40,80	12,24	3,33	8	1	3,36	6,79
94	25,60	9,34	2,74	3	1	2,27	4,55	1	46,45	17,62	2,64	7	3	3,83	7,59
14	37,95	11,71	3,24	3	1	3,36	6,75	39	42,55	13,38	3,18	7	3	3,51	6,95
64	47,35	15,91	2,98	1	1	4,19	8,35	32	30,56	11,52	2,65	8	3	2,52	5,09
41	49,66	16,44	3,02	1	1	4,40	8,76	49	44,30	16,06	2,76	8	3	3,65	7,37
80	26,98	8,55	3,16	1	1	2,39	4,76	72	50,49	15,96	3,16	8	15	4,16	8,40
99	36,36	12,93	2,81	3	1	3,22	6,46	88	38,71	11,96	3,24	7	17	3,19	6,32
46	41,40	14,37	2,88	3	1	3,67	7,36	18	23,96	7,37	3,25	7	17	1,98	3,91
62	31,25	10,50	2,98	3	1	2,77	5,56	42	67,38	23,94	2,81	7	24	5,55	11,01
17	34,42	10,80	3,19	1	3	3,05	6,07	10	36,90	16,48	2,24	7	33	0,00	0,00
56	51,04	15,20	3,36	1	3	4,52	9,00	119	30,13	10,15	2,97	7	33	0,00	0,00
98	30,85	8,82	3,50	1	3	2,73	5,44	71	25,00	8,17	3,06	7	33	0,00	0,00
35	27,61	9,74	2,83	3	3	2,44	4,91	48	32,87	10,74	3,06	7	33	0,00	0,00
74	49,28	16,70	2,95	3	3	4,36	8,76	106	38,04	11,61	3,28	7	33	0,00	0,00
19	36,64	12,38	2,96	3	3	3,24	6,51	55	55,10	16,64	3,31	7	33	0,00	0,00
110	33,93	10,14	3,35	3	3	3,00	6,03	58	45,44	13,61	3,34	7	33	0,00	0,00
57	51,06	15,06	3,39	1	6	4,52	9,01	90	59,77	16,37	3,65	7	33	0,00	0,00
81	51,45	19,24	2,67	1	33	0,00	0,00	8	21,34	9,31	2,29	8	33	0,00	0,00
16	35,92	12,09	2,97	1	33	0,00	0,00	65	49,25	18,75	2,63	8	33	0,00	0,00
112	23,86	7,76	3,07	1	33	0,00	0,00	24	36,83	12,35	2,98	8	33	0,00	0,00
25	21,34	6,82	3,13	1	33	0,00	0,00	51	35,88	11,58	3,10	8	33	0,00	0,00
113	31,49	9,47	3,32	1	33	0,00	0,00	40	47,01	15,13	3,11	8	33	0,00	0,00
67	18,83	6,15	3,06	3	33	0,00	0,00	23	38,79	12,23	3,17	8	33	0,00	0,00
83	36,41	11,76	3,10	3	33	0,00	0,00	73	35,85	11,00	3,26	8	33	0,00	0,00
9	46,78	14,65	3,19	3	33	0,00	0,00	89	47,62	14,09	3,38	8	33	0,00	0,00
30	43,36	13,41	3,23	3	33	0,00	0,00	87	47,46	14,00	3,39	8	33	0,00	0,00
101	46,09	14,12	3,27	3	33	0,00	0,00	120	35,02	10,31	3,40	8	33	0,00	0,00
78	51,03	14,89	3,43	3	33	0,00	0,00	105	39,68	11,50	3,45	8	33	0,00	0,00
60°C								40°C							
12	30,72	10,63	2,89	4	1	2,50	5,41	7	32,23	11,46	2,81	2	1	2,92	6,46
93	25,85	8,53	3,03	4	1	2,11	4,56	79	31,81	10,00	3,18	2	1	2,89	6,37
13	44,19	15,69	2,82	4	3	3,60	7,79	11	33,9	11,48	2,95	6	1	3,08	5,62
100	53,04	16,60	3,20	4	3	4,32	9,35	34	28,84	8,83	3,27	2	3	2,62	5,78
69	40,05	13,05	3,07	5	6	3,26	6,07	107	48,26	15,28	3,16	6	3	4,38	8,00
108	67,1	21,12	3,18	5	6	5,47	10,16	91	30,86	9,96	3,10	6	10	2,80	5,12
115	42,54	13,13	3,24	5	8	3,47	6,44	31	24,5	9,84	2,49	2	33	0,00	0,00
77	38,43	13,63	2,82	4	15	3,13	6,77	96	34,09	13,26	2,57	2	33	0,00	0,00
37	39,24	12,82	3,06	5	20	3,20	5,94	63	27,67	9,77	2,83	2	33	0,00	0,00
92	29,62	9,24	3,20	5	28	2,41	4,49	95	24,17	8,53	2,83	2	33	0,00	0,00
61	16,17	6,75	2,39	4	33	0,00	0,00	82	36,23	11,93	3,04	2	33	0,00	0,00
36	30,76	10,34	2,98	4	33	0,00	0,00	6	24,69	8,06	3,06	2	33	0,00	0,00
45	34,84	11,36	3,07	4	33	0,00	0,00	47	34,33	11,08	3,10	2	33	0,00	0,00
68	33,92	10,87	3,12	4	33	0,00	0,00	114	28,84	9,24	3,12	2	33	0,00	0,00
20	29,59	9,33	3,17	4	33	0,00	0,00	50	45,55	14,59	3,12	2	33	0,00	0,00
84	64,17	20,04	3,20	4	33	0,00	0,00	66	38,12	12,03	3,17	2	33	0,00	0,00
109	32,14	10,00	3,21	4	33	0,00	0,00	111	41,65	13,03	3,20	2	33	0,00	0,00
29	65,16	19,79	3,29	4	33	0,00	0,00	26	46,53	14,01	3,32	2	33	0,00	0,00
116	29,84	8,75	3,41	4	33	0,00	0,00	2	22,4	9,49	2,36	6	33	0,00	0,00
52	38,5	11,26	3,42	4	33	0,00	0,00	43	36	12,42	2,90	6	33	0,00	0,00
4	34,82	14,51	2,40	5	33	0,00	0,00	118	38,85	13,09	2,97	6	33	0,00	0,00
5	23,59	9,43	2,50	5	33	0,00	0,00	70	48,11	15,96	3,01	6	33	0,00	0,00
44	34,44	11,88	2,90	5	33	0,00	0,00	75	48,13	15,57	3,09	6	33	0,00	0,00
53	44,28	14,61	3,03	5	33	0,00	0,00	86	45,42	14,65	3,10	6	33	0,00	0,00
76	49,44	16,29	3,03	5	33	0,00	0,00	54	33,28	10,61	3,14	6	33	0,00	0,00
85	45,79	14,71	3,11	5	33	0,00	0,00	102	35,15	11,05	3,18	6	33	0,00	0,00
21	64,48	20,35	3,17	5	33	0,00	0,00	22	33,46	10,44	3,20	6	33	0,00	0,00
28	41,74	12,91	3,23	5	33	0,00	0,00	38	38,87	11,93	3,26	6	33	0,00	0,00
60	75	22,48	3,34	5	33	0,00	0,00	59	42,33	12,83	3,30	6	33	0,00	0,00
117	28,14	7,85	3,59	5	33	0,00	0,00	27	67,91	20,32	3,34	6	33	0,00	0,00

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS1 - 10/12,5																							
100°C						100°C						100°C						100°C					
N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés	
				Σsx	/seau					Σsx	/seau					Σsx	/seau					Σsx	/seau
48	1,61	1	1	0,32	0,33	18	1,56	1	33	0,00	0,00	93	2,85	1	33	0,00	0,00	186	1,9	1	33	0,00	0,00
51	2,71	1	1	0,53	0,56	19	1,69	1	33	0,00	0,00	95	2,06	1	33	0,00	0,00	187	1,96	1	33	0,00	0,00
80	2,27	1	1	0,45	0,47	20	2,23	1	33	0,00	0,00	96	2,85	1	33	0,00	0,00	189	3,66	1	33	0,00	0,00
87	2,61	1	1	0,51	0,54	21	1,48	1	33	0,00	0,00	99	2,75	1	33	0,00	0,00	190	4,91	1	33	0,00	0,00
88	2,6	1	1	0,51	0,54	22	2,56	1	33	0,00	0,00	100	1,48	1	33	0,00	0,00	191	1,91	1	33	0,00	0,00
94	2,34	1	1	0,46	0,48	23	1,48	1	33	0,00	0,00	102	3,06	1	33	0,00	0,00	192	2,81	1	33	0,00	0,00
98	2,45	1	1	0,48	0,51	24	1,21	1	33	0,00	0,00	105	1,6	1	33	0,00	0,00	193	2,09	1	33	0,00	0,00
103	1,62	1	1	0,32	0,33	25	1,27	1	33	0,00	0,00	107	2,18	1	33	0,00	0,00	194	2,26	1	33	0,00	0,00
106	2,3	1	1	0,45	0,48	26	2,12	1	33	0,00	0,00	108	2,02	1	33	0,00	0,00	195	3,34	1	33	0,00	0,00
118	1,41	1	1	0,28	0,29	27	1,28	1	33	0,00	0,00	110	2,2	1	33	0,00	0,00	196	1,91	1	33	0,00	0,00
124	1,94	1	1	0,38	0,40	28	2,08	1	33	0,00	0,00	112	2,24	1	33	0,00	0,00	197	1,02	1	33	0,00	0,00
139	3,02	1	1	0,60	0,62	29	1,94	1	33	0,00	0,00	114	2,7	1	33	0,00	0,00	200	2,22	1	33	0,00	0,00
140	3,18	1	1	0,63	0,66	30	1,9	1	33	0,00	0,00	115	1,66	1	33	0,00	0,00	201	2,3	1	33	0,00	0,00
146	3,54	1	1	0,70	0,73	31	2,81	1	33	0,00	0,00	117	1,61	1	33	0,00	0,00	202	2,45	1	33	0,00	0,00
164	2,8	1	1	0,55	0,58	32	3,15	1	33	0,00	0,00	119	1,42	1	33	0,00	0,00	203	2,24	1	33	0,00	0,00
174	3,05	1	1	0,60	0,63	34	2,57	1	33	0,00	0,00	120	3,58	1	33	0,00	0,00	205	1,85	1	33	0,00	0,00
175	2,91	1	1	0,57	0,60	35	2,29	1	33	0,00	0,00	121	2,48	1	33	0,00	0,00	206	2,45	1	33	0,00	0,00
185	2,56	1	1	0,50	0,53	36	2,17	1	33	0,00	0,00	122	2	1	33	0,00	0,00	207	0,92	1	33	0,00	0,00
188	2,24	1	1	0,44	0,46	37	3,41	1	33	0,00	0,00	123	1,48	1	33	0,00	0,00	208	2,06	1	33	0,00	0,00
211	2,44	1	1	0,48	0,50	38	2,06	1	33	0,00	0,00	125	1,3	1	33	0,00	0,00	209	1,83	1	33	0,00	0,00
214	2,83	1	1	0,56	0,58	39	2,91	1	33	0,00	0,00	126	1,87	1	33	0,00	0,00	210	1,76	1	33	0,00	0,00
230	2,49	1	1	0,49	0,51	40	1,61	1	33	0,00	0,00	131	2,17	1	33	0,00	0,00	212	3,7	1	33	0,00	0,00
231	3,23	1	1	0,64	0,67	41	2,41	1	33	0,00	0,00	132	2,1	1	33	0,00	0,00	213	3,37	1	33	0,00	0,00
33	2,28	1	3	0,45	0,47	42	1,74	1	33	0,00	0,00	133	2,65	1	33	0,00	0,00	215	3,22	1	33	0,00	0,00
55	1,73	1	3	0,34	0,36	43	2,48	1	33	0,00	0,00	134	2,2	1	33	0,00	0,00	216	3,53	1	33	0,00	0,00
86	1,93	1	3	0,38	0,40	44	2,46	1	33	0,00	0,00	136	1,114	1	33	0,00	0,00	217	3,44	1	33	0,00	0,00
111	2,19	1	3	0,43	0,45	45	2,7	1	33	0,00	0,00	137	3,33	1	33	0,00	0,00	218	2,49	1	33	0,00	0,00
113	2,06	1	3	0,41	0,43	46	2,09	1	33	0,00	0,00	138	3,74	1	33	0,00	0,00	220	2,51	1	33	0,00	0,00
116	2,63	1	3	0,52	0,54	47	1,15	1	33	0,00	0,00	141	2,2	1	33	0,00	0,00	221	1,7	1	33	0,00	0,00
150	3,09	1	3	0,61	0,64	49	2,38	1	33	0,00	0,00	142	2,23	1	33	0,00	0,00	222	3,4	1	33	0,00	0,00
198	2,4	1	3	0,47	0,50	50	1,71	1	33	0,00	0,00	143	2,96	1	33	0,00	0,00	223	2,23	1	33	0,00	0,00
199	2,09	1	3	0,41	0,43	52	3,51	1	33	0,00	0,00	144	2,98	1	33	0,00	0,00	224	2,09	1	33	0,00	0,00
204	2,71	1	3	0,53	0,56	53	1,05	1	33	0,00	0,00	145	2,38	1	33	0,00	0,00	225	1,88	1	33	0,00	0,00
219	1,94	1	3	0,38	0,40	54	2,17	1	33	0,00	0,00	147	3,62	1	33	0,00	0,00	226	2,26	1	33	0,00	0,00
229	2,69	1	3	0,53	0,56	56	1,47	1	33	0,00	0,00	148	2,53	1	33	0,00	0,00	227	2,67	1	33	0,00	0,00
250	2,29	1	3	0,45	0,47	57	1,35	1	33	0,00	0,00	149	3,23	1	33	0,00	0,00	228	2,16	1	33	0,00	0,00
10	1,81	1	7	0,36	0,37	58	2,38	1	33	0,00	0,00	151	2,62	1	33	0,00	0,00	232	3,31	1	33	0,00	0,00
183	2,27	1	7	0,45	0,47	59	1,78	1	33	0,00	0,00	152	2,95	1	33	0,00	0,00	233	1,29	1	33	0,00	0,00
234	2,48	1	7	0,49	0,51	60	1,37	1	33	0,00	0,00	153	2,09	1	33	0,00	0,00	235	2,5	1	33	0,00	0,00
237	1,98	1	7	0,39	0,41	61	2,1	1	33	0,00	0,00	154	2,79	1	33	0,00	0,00	236	2,17	1	33	0,00	0,00
63	1,54	1	11	0,30	0,32	62	2,23	1	33	0,00	0,00	155	2,79	1	33	0,00	0,00	238	1,99	1	33	0,00	0,00
77	1,51	1	11	0,30	0,31	64	2,2	1	33	0,00	0,00	156	2,64	1	33	0,00	0,00	239	3,33	1	33	0,00	0,00
97	2,33	1	11	0,46	0,48	65	2,35	1	33	0,00	0,00	157	2,66	1	33	0,00	0,00	240	2,35	1	33	0,00	0,00
101	2,05	1	11	0,40	0,42	66	1,55	1	33	0,00	0,00	158	2,09	1	33	0,00	0,00	241	2,18	1	33	0,00	0,00
104	1,66	1	11	0,33	0,34	67	2,52	1	33	0,00	0,00	159	1,41	1	33	0,00	0,00	242	1,8	1	33	0,00	0,00
109	2,21	1	11	0,44	0,46	68	1,62	1	33	0,00	0,00	160	2,07	1	33	0,00	0,00	243	2,52	1	33	0,00	0,00
128	2,75	1	11	0,54	0,57	69	1,78	1	33	0,00	0,00	161	2,32	1	33	0,00	0,00	244	1,65	1	33	0,00	0,00
135	2,04	1	11	0,40	0,42	70	1,98	1	33	0,00	0,00	162	2,06	1	33	0,00	0,00	245	2,21	1	33	0,00	0,00
180	1,72	1	11	0,34	0,36	71	2,33	1	33	0,00	0,00	163	1,75	1	33	0,00	0,00	246	1,67	1	33	0,00	0,00
1	1,65	1	33	0	0	72	2,72	1	33	0	0	165	2,69	1	33	0	0	247	1,67	1	33	0	0
2	1,32	1	33	0	0	73	2,37	1	33	0	0	166	1,74	1	33	0	0	248	1,75	1	33	0	0
3	1,11	1	33	0	0	74	1,79	1	33	0	0	167	2,25	1	33	0	0	249	2,58	1	33	0	0
4	1,52	1	33	0	0	75	2,46	1	33	0	0	168	3,43	1	33	0	0	251	2,7	1	33	0	0
5	1,66	1	33	0	0	76	1,93	1	33	0	0	169	2,51	1	33	0	0	252	2,29	1	33	0	0
6	2,92	1	33	0	0	78	2,82	1	33	0	0	170	1,12	1	33	0	0	253	2,34	1	33	0	0
7	1,93	1	33	0	0	79	2,56	1	33	0	0	171	2,5	1	33	0	0	254	3,51	1	33	0	0
8	2,24	1	33	0	0	81	2,84	1	33	0	0	172	2,13	1	33	0	0	255	1,65	1	33	0	0
9	2,18	1	33	0	0	82	2,14	1	33	0	0	173	2,93	1	33	0	0	256	1,51	1	33	0	0
11	3,06	1	33	0	0	83	1,86	1	33	0	0	176	3,16	1	33	0	0	257	1,93	1	33	0	0
12	2,01	1	33	0	0	84	3,01	1	33	0	0	177	2,31	1	33	0	0	258	2,03	1	33	0	0
13	1,43	1	33	0	0	85	1,56	1	33	0	0	178	1,92	1	33	0	0	259	1,29	1	33	0	0
14	1,44	1	33	0	0	89	1,92	1	33	0	0	179	3,53	1	33	0	0	260	1,73	1	33	0	0
15	1,46	1	33	0	0	90	2,54	1	33	0	0	181	2,76	1	33	0	0	261	1,33	1	33	0	0
16	2,02	1	33	0	0	91	2,51	1	33	0	0	182	2,21	1	33	0	0	262	1,99	1	33	0	0
17	2,79	1	33																				

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS1 - 10/12,5																	
80°C						80°C						80°C					
N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés	
				Σsx	/seau					Σsx	/seau					Σsx	/seau
34	2,37	3	1	0,39	0,39	14	2,12	3	33	0,00	0,00	98	2,88	3	33	0,00	0,00
67	2,21	3	1	0,36	0,36	15	3,02	3	33	0,00	0,00	100	2,7	3	33	0,00	0,00
83	4,02	3	1	0,66	0,66	18	1,88	3	33	0,00	0,00	101	1,85	3	33	0,00	0,00
96	1,71	3	1	0,28	0,28	21	2,37	3	33	0,00	0,00	102	3,22	3	33	0,00	0,00
134	1,98	3	1	0,32	0,32	22	2,57	3	33	0,00	0,00	103	2,13	3	33	0,00	0,00
141	2,49	3	1	0,41	0,41	23	3,13	3	33	0,00	0,00	104	2,96	3	33	0,00	0,00
10	1,8	3	3	0,30	0,30	24	1,9	3	33	0,00	0,00	105	1,99	3	33	0,00	0,00
40	2,45	3	3	0,40	0,40	25	1,79	3	33	0,00	0,00	107	1,52	3	33	0,00	0,00
46	1,95	3	3	0,32	0,32	26	1,99	3	33	0,00	0,00	108	2,04	3	33	0,00	0,00
70	1,5	3	3	0,25	0,25	27	2,05	3	33	0,00	0,00	109	2,13	3	33	0,00	0,00
85	2,87	3	3	0,47	0,47	28	2,25	3	33	0,00	0,00	111	1,79	3	33	0,00	0,00
139	2,38	3	3	0,39	0,39	29	3,16	3	33	0,00	0,00	112	2,78	3	33	0,00	0,00
191	2,22	3	3	0,36	0,36	30	2,32	3	33	0,00	0,00	113	2,32	3	33	0,00	0,00
196	2,87	3	3	0,47	0,47	35	1,94	3	33	0,00	0,00	114	3,91	3	33	0,00	0,00
198	4,09	3	3	0,67	0,67	36	3,15	3	33	0,00	0,00	115	3,5	3	33	0,00	0,00
211	2,11	3	3	0,35	0,35	37	1,61	3	33	0,00	0,00	116	2,85	3	33	0,00	0,00
225	1,94	3	3	0,32	0,32	38	2,32	3	33	0,00	0,00	117	2,69	3	33	0,00	0,00
233	2,21	3	3	0,36	0,36	39	1,66	3	33	0,00	0,00	118	3,65	3	33	0,00	0,00
234	2,16	3	3	0,35	0,35	41	1,53	3	33	0,00	0,00	119	2,55	3	33	0,00	0,00
1	2,8	3	8	0,46	0,46	42	1,89	3	33	0,00	0,00	120	3,62	3	33	0,00	0,00
19	2,63	3	8	0,43	0,43	43	2,28	3	33	0,00	0,00	122	2,6	3	33	0,00	0,00
20	2,18	3	8	0,36	0,36	44	1,41	3	33	0,00	0,00	123	1,67	3	33	0,00	0,00
33	2,18	3	8	0,36	0,36	45	3,05	3	33	0,00	0,00	124	2,59	3	33	0,00	0,00
106	3,3	3	8	0,54	0,54	47	2,1	3	33	0,00	0,00	125	2,95	3	33	0,00	0,00
128	1,35	3	8	0,22	0,22	48	1,5	3	33	0,00	0,00	126	3,12	3	33	0,00	0,00
150	2,32	3	8	0,38	0,38	49	3,03	3	33	0,00	0,00	127	3,07	3	33	0,00	0,00
168	3,17	3	8	0,52	0,52	50	1,98	3	33	0,00	0,00	129	1,96	3	33	0,00	0,00
176	1,53	3	8	0,25	0,25	51	2,36	3	33	0,00	0,00	130	2,95	3	33	0,00	0,00
179	2,13	3	8	0,35	0,35	52	1,89	3	33	0,00	0,00	131	3,41	3	33	0,00	0,00
189	2,22	3	8	0,36	0,36	53	2,92	3	33	0,00	0,00	133	2,39	3	33	0,00	0,00
205	1,67	3	8	0,27	0,27	55	3,51	3	33	0,00	0,00	135	2,27	3	33	0,00	0,00
210	2,28	3	8	0,37	0,37	56	2,56	3	33	0,00	0,00	136	2,24	3	33	0,00	0,00
219	2,64	3	8	0,43	0,43	57	2,92	3	33	0,00	0,00	137	2,86	3	33	0,00	0,00
16	3,06	3	16	0,50	0,50	58	1,8	3	33	0,00	0,00	138	2,61	3	33	0,00	0,00
17	1,92	3	16	0,31	0,31	59	2,77	3	33	0,00	0,00	140	3,68	3	33	0,00	0,00
32	1,34	3	16	0,22	0,22	60	1,9	3	33	0,00	0,00	142	2,96	3	33	0,00	0,00
95	2,25	3	16	0,37	0,37	61	1,72	3	33	0,00	0,00	143	3,1	3	33	0,00	0,00
99	2,73	3	16	0,45	0,45	62	1,62	3	33	0,00	0,00	144	1,81	3	33	0,00	0,00
121	2,03	3	16	0,33	0,33	63	1,87	3	33	0,00	0,00	145	2,72	3	33	0,00	0,00
132	2,58	3	16	0,42	0,42	64	1,99	3	33	0,00	0,00	146	3,77	3	33	0,00	0,00
152	2,93	3	16	0,48	0,48	66	2,19	3	33	0,00	0,00	147	4,36	3	33	0,00	0,00
181	2,71	3	16	0,44	0,44	68	2,33	3	33	0,00	0,00	148	2,93	3	33	0,00	0,00
182	1,87	3	16	0,31	0,31	69	3,09	3	33	0,00	0,00	149	2,13	3	33	0,00	0,00
186	1,92	3	16	0,31	0,31	71	1,9	3	33	0,00	0,00	151	2,74	3	33	0,00	0,00
3	1,54	3	23	0,25	0,25	72	2,58	3	33	0,00	0,00	153	1,82	3	33	0,00	0,00
31	1,41	3	23	0,23	0,23	73	4,57	3	33	0,00	0,00	154	3,38	3	33	0,00	0,00
110	1,96	3	23	0,32	0,32	74	2,97	3	33	0,00	0,00	155	2,75	3	33	0,00	0,00
160	3,48	3	23	0,57	0,57	75	3	3	33	0,00	0,00	156	3,7	3	33	0,00	0,00
214	1,64	3	23	0,27	0,27	76	2,66	3	33	0,00	0,00	157	2,37	3	33	0,00	0,00
217	1,39	3	23	0,2	0,228	77	2,28	3	33	0	0	158	3,13	3	33	0	0
54	2,41	3	30	0,4	0,395	78	2,18	3	33	0	0	159	3,14	3	33	0	0
65	2,75	3	30	0,5	0,451	80	3,15	3	33	0	0	161	3,12	3	33	0	0
79	1,81	3	30	0,3	0,297	81	2,43	3	33	0	0	162	2,52	3	33	0	0
170	2,8	3	30	0,5	0,459	82	1,61	3	33	0	0	163	3,21	3	33	0	0
240	4,69	3	30	0,8	0,769	84	4,14	3	33	0	0	164	2,91	3	33	0	0
2	1,84	3	33	0	0	86	2,04	3	33	0	0	165	2,33	3	33	0	0
4	1,79	3	33	0	0	87	2,14	3	33	0	0	166	4,81	3	33	0	0
5	1,84	3	33	0	0	88	2,97	3	33	0	0	167	3,63	3	33	0	0
6	2,25	3	33	0	0	89	1,59	3	33	0	0	169	3,65	3	33	0	0
7	2,05	3	33	0	0	90	2,65	3	33	0	0	171	3,31	3	33	0	0
8	2,48	3	33	0	0	91	2,61	3	33	0	0	172	3,35	3	33	0	0
9	2,66	3	33	0	0	92	4,16	3	33	0	0	173	3,06	3	33	0	0
11	2,39	3	33	0	0	93	3,05	3	33	0	0	174	2,05	3	33	0	0
12	2,7	3	33	0	0	94	2,93	3	33	0	0	175	1,47	3	33	0	0
13	1,89	3	33	0	0	97	2,94	3	33	0	0	177	3,63	3	33	0	0

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS1 - 10/12,5																	
60°C						60°C						60°C					
N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés	
				Σsx	/seau					Σsx	/seau					Σsx	/seau
142	2,42	5	1	0,37	0,37	33	3,09	5	33	0,00	0,00	111	2,32	5	33	0,00	0,00
94	3,27	5	7	0,50	0,50	34	1,85	5	33	0,00	0,00	112	2,49	5	33	0,00	0,00
118	2,06	5	7	0,32	0,32	35	2,87	5	33	0,00	0,00	113	2,15	5	33	0,00	0,00
186	2,47	5	7	0,38	0,38	36	2,04	5	33	0,00	0,00	115	3,04	5	33	0,00	0,00
187	2,49	5	7	0,38	0,38	37	1,97	5	33	0,00	0,00	116	2,3	5	33	0,00	0,00
238	2,78	5	7	0,43	0,43	39	2,82	5	33	0,00	0,00	117	2,94	5	33	0,00	0,00
24	1,26	5	14	0,19	0,19	40	1,13	5	33	0,00	0,00	119	2,37	5	33	0,00	0,00
38	2,14	5	14	0,33	0,33	41	2,27	5	33	0,00	0,00	120	2,33	5	33	0,00	0,00
43	2,07	5	14	0,32	0,32	42	2,75	5	33	0,00	0,00	121	1,9	5	33	0,00	0,00
62	1,98	5	14	0,30	0,30	44	2,65	5	33	0,00	0,00	122	1,88	5	33	0,00	0,00
73	1,77	5	14	0,27	0,27	45	1,91	5	33	0,00	0,00	123	1,89	5	33	0,00	0,00
84	2,64	5	14	0,41	0,41	47	1,46	5	33	0,00	0,00	124	1,73	5	33	0,00	0,00
99	2,71	5	14	0,42	0,42	48	1,84	5	33	0,00	0,00	125	1,82	5	33	0,00	0,00
103	1,68	5	14	0,26	0,26	49	1,7	5	33	0,00	0,00	126	2,13	5	33	0,00	0,00
107	2,14	5	14	0,33	0,33	50	1,84	5	33	0,00	0,00	127	2,18	5	33	0,00	0,00
114	2,43	5	14	0,37	0,37	51	1,79	5	33	0,00	0,00	128	2,63	5	33	0,00	0,00
152	2,2	5	14	0,34	0,34	53	2,83	5	33	0,00	0,00	129	3,18	5	33	0,00	0,00
170	2,46	5	14	0,38	0,38	54	2,47	5	33	0,00	0,00	130	2,27	5	33	0,00	0,00
172	2,37	5	14	0,36	0,36	55	2,15	5	33	0,00	0,00	131	2,57	5	33	0,00	0,00
198	1,64	5	14	0,25	0,25	56	2,26	5	33	0,00	0,00	132	2,08	5	33	0,00	0,00
223	2,07	5	14	0,32	0,32	57	2,21	5	33	0,00	0,00	133	2,06	5	33	0,00	0,00
225	3,49	5	14	0,54	0,54	58	2,11	5	33	0,00	0,00	134	2,7	5	33	0,00	0,00
229	3,43	5	14	0,53	0,53	59	2,43	5	33	0,00	0,00	135	2,57	5	33	0,00	0,00
30	2,18	5	22	0,34	0,34	60	1,83	5	33	0,00	0,00	136	2,32	5	33	0,00	0,00
46	1,2	5	22	0,18	0,18	61	1,6	5	33	0,00	0,00	137	2,66	5	33	0,00	0,00
139	2,13	5	22	0,33	0,33	63	2,23	5	33	0,00	0,00	138	1,65	5	33	0,00	0,00
153	3,09	5	22	0,48	0,48	64	2,2	5	33	0,00	0,00	140	3,47	5	33	0,00	0,00
160	2,23	5	22	0,34	0,34	65	1,51	5	33	0,00	0,00	143	2,08	5	33	0,00	0,00
224	2,84	5	22	0,44	0,44	66	2,4	5	33	0,00	0,00	144	20,9	5	33	0,00	0,00
2	1,74	5	30	0,27	0,27	67	3,29	5	33	0,00	0,00	145	1,78	5	33	0,00	0,00
8	2,36	5	30	0,36	0,36	68	1,6	5	33	0,00	0,00	146	2,94	5	33	0,00	0,00
12	2,73	5	30	0,42	0,42	69	1,86	5	33	0,00	0,00	147	2,51	5	33	0,00	0,00
21	2,18	5	30	0,34	0,34	70	2,06	5	33	0,00	0,00	148	2,98	5	33	0,00	0,00
52	2,73	5	30	0,42	0,42	71	1,64	5	33	0,00	0,00	149	3,27	5	33	0,00	0,00
89	2,84	5	30	0,44	0,44	72	2,95	5	33	0,00	0,00	150	2,63	5	33	0,00	0,00
95	2,59	5	30	0,40	0,40	74	2,26	5	33	0,00	0,00	151	1,62	5	33	0,00	0,00
141	3,56	5	30	0,55	0,55	75	2,59	5	33	0,00	0,00	154	2,16	5	33	0,00	0,00
197	2,99	5	30	0,46	0,46	76	2,7	5	33	0,00	0,00	155	1,51	5	33	0,00	0,00
257	4,17	5	30	0,64	0,64	77	1,72	5	33	0,00	0,00	156	2,9	5	33	0,00	0,00
1	1,97	5	33	0,00	0,00	78	2,73	5	33	0,00	0,00	157	1,82	5	33	0,00	0,00
3	1,92	5	33	0,00	0,00	79	2,04	5	33	0,00	0,00	158	2,3	5	33	0,00	0,00
4	2,58	5	33	0,00	0,00	80	1,32	5	33	0,00	0,00	159	1,79	5	33	0,00	0,00
5	2,5	5	33	0,00	0,00	81	2,23	5	33	0,00	0,00	161	3,54	5	33	0,00	0,00
6	2,17	5	33	0,00	0,00	82	2,71	5	33	0,00	0,00	162	2,42	5	33	0,00	0,00
7	2,55	5	33	0,00	0,00	83	2,07	5	33	0,00	0,00	163	1,58	5	33	0,00	0,00
9	1,46	5	33	0,00	0,00	85	3,54	5	33	0,00	0,00	164	3,43	5	33	0,00	0,00
10	1,74	5	33	0,00	0,00	86	1,69	5	33	0,00	0,00	165	2,87	5	33	0,00	0,00
11	2,33	5	33	0,00	0,00	87	2,57	5	33	0,00	0,00	166	2,02	5	33	0,00	0,00
13	1,26	5	33	0,00	0,00	88	2,98	5	33	0,00	0,00	167	2,63	5	33	0,00	0,00
14	2,31	5	33	0	0	90	2,11	5	33	0	0	168	3,4	5	33	0	0
15	1,41	5	33	0	0	91	2,05	5	33	0	0	169	2,3	5	33	0	0
16	2,34	5	33	0	0	92	3,55	5	33	0	0	171	3,28	5	33	0	0
17	2,94	5	33	0	0	93	34,1	5	33	0	0	173	2,47	5	33	0	0
18	2,59	5	33	0	0	96	1,95	5	33	0	0	174	2,23	5	33	0	0
19	1,53	5	33	0	0	97	2,04	5	33	0	0	175	2,58	5	33	0	0
20	2,03	5	33	0	0	98	2,2	5	33	0	0	176	2,61	5	33	0	0
22	1,85	5	33	0	0	100	3,34	5	33	0	0	177	2,5	5	33	0	0
23	1,54	5	33	0	0	101	1,82	5	33	0	0	178	2,92	5	33	0	0
25	1,92	5	33	0	0	102	2,29	5	33	0	0	179	3,38	5	33	0	0
26	1,72	5	33	0	0	104	1,34	5	33	0	0	180	2,59	5	33	0	0
27	1,88	5	33	0	0	105	3,22	5	33	0	0	181	2,65	5	33	0	0
28	3,08	5	33	0	0	106	1,86	5	33	0	0	182	2,9	5	33	0	0
29	3,32	5	33	0	0	108	1,95	5	33	0	0	183	3,16	5	33	0	0
31	2,43	5	33	0	0	109	2,62	5	33	0	0	184	3,07	5	33	0	0
32	1,92	5	33	0	0	110	1,79	5	33	0	0	185	2,73	5	33	0	0

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains, tableau des résultats

BS1 - 10/12,5																								
40°C					40°C					40°C					40°C									
N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		N°	Ms	seau	jour rupt	% cassés		
				Σsx	/seau					Σsx	/seau					Σsx	/seau					Σsx	/seau	
20	1,19	7	8	0,19	0,19	38	2,33	7	33	0,00	0,00	114	2,83	7	33	0,00	0,00	188	2,82	7	33	0,00	0,00	
99	2,71	7	8	0,44	0,44	39	2,16	7	33	0,00	0,00	115	2,44	7	33	0,00	0,00	189	2,38	7	33	0,00	0,00	
179	1,65	7	8	0,27	0,27	40	2,17	7	33	0,00	0,00	116	3,17	7	33	0,00	0,00	190	1,43	7	33	0,00	0,00	
1	1,97	7	11	0,32	0,32	41	1,58	7	33	0,00	0,00	117	3,36	7	33	0,00	0,00	191	2,15	7	33	0,00	0,00	
11	2,54	7	11	0,41	0,41	43	2,83	7	33	0,00	0,00	118	2,9	7	33	0,00	0,00	192	2,07	7	33	0,00	0,00	
81	2,79	7	11	0,45	0,45	44	1,88	7	33	0,00	0,00	119	3,57	7	33	0,00	0,00	193	2,76	7	33	0,00	0,00	
148	1,97	7	11	0,32	0,32	45	2,02	7	33	0,00	0,00	120	1,91	7	33	0,00	0,00	194	2,14	7	33	0,00	0,00	
153	2,77	7	11	0,45	0,45	46	3,71	7	33	0,00	0,00	121	2,62	7	33	0,00	0,00	195	2,38	7	33	0,00	0,00	
200	3,51	7	11	0,57	0,57	47	3,16	7	33	0,00	0,00	122	2,08	7	33	0,00	0,00	196	2,19	7	33	0,00	0,00	
13	1,62	7	14	0,26	0,26	48	3,36	7	33	0,00	0,00	123	3,27	7	33	0,00	0,00	197	1,81	7	33	0,00	0,00	
65	2,02	7	14	0,33	0,33	49	2,09	7	33	0,00	0,00	126	2,47	7	33	0,00	0,00	198	2,82	7	33	0,00	0,00	
72	1,81	7	14	0,29	0,29	50	1,51	7	33	0,00	0,00	127	1,87	7	33	0,00	0,00	199	2,96	7	33	0,00	0,00	
172	3,66	7	14	0,59	0,59	51	1,93	7	33	0,00	0,00	128	2,22	7	33	0,00	0,00	201	2,46	7	33	0,00	0,00	
252	1,7	7	14	0,27	0,27	52	2,08	7	33	0,00	0,00	129	1,9	7	33	0,00	0,00	202	1,61	7	33	0,00	0,00	
61	3,55	7	18	0,57	0,57	53	2,48	7	33	0,00	0,00	130	2,78	7	33	0,00	0,00	203	1,78	7	33	0,00	0,00	
64	1,48	7	18	0,24	0,24	54	2,31	7	33	0,00	0,00	131	3,81	7	33	0,00	0,00	204	2,63	7	33	0,00	0,00	
73	1,5	7	18	0,24	0,24	55	3,78	7	33	0,00	0,00	132	2,17	7	33	0,00	0,00	205	2,18	7	33	0,00	0,00	
105	1,7	7	18	0,27	0,27	56	1,92	7	33	0,00	0,00	133	2,56	7	33	0,00	0,00	206	5,06	7	33	0,00	0,00	
176	2,28	7	18	0,37	0,37	57	1,68	7	33	0,00	0,00	134	2,85	7	33	0,00	0,00	207	2,72	7	33	0,00	0,00	
182	2,53	7	18	0,41	0,41	58	3,06	7	33	0,00	0,00	135	1,93	7	33	0,00	0,00	208	2,2	7	33	0,00	0,00	
66	3,23	7	24	0,52	0,52	59	2,26	7	33	0,00	0,00	136	2,38	7	33	0,00	0,00	209	2,27	7	33	0,00	0,00	
76	3,48	7	24	0,56	0,56	60	2,81	7	33	0,00	0,00	137	1,53	7	33	0,00	0,00	210	2,7	7	33	0,00	0,00	
124	1,53	7	24	0,25	0,25	62	2,13	7	33	0,00	0,00	138	2,22	7	33	0,00	0,00	211	3,07	7	33	0,00	0,00	
125	2,46	7	24	0,40	0,40	63	1,7	7	33	0,00	0,00	139	1,77	7	33	0,00	0,00	212	2,96	7	33	0,00	0,00	
174	2,04	7	24	0,33	0,33	67	1,39	7	33	0,00	0,00	140	2,14	7	33	0,00	0,00	213	2,1	7	33	0,00	0,00	
216	1,51	7	24	0,24	0,24	68	2,12	7	33	0,00	0,00	141	1,24	7	33	0,00	0,00	214	2,57	7	33	0,00	0,00	
240	1,9	7	24	0,31	0,31	69	1,78	7	33	0,00	0,00	142	2,1	7	33	0,00	0,00	215	2,23	7	33	0,00	0,00	
244	1,91	7	24	0,31	0,31	70	1,65	7	33	0,00	0,00	143	2,7	7	33	0,00	0,00	217	2,15	7	33	0,00	0,00	
253	3,06	7	24	0,49	0,49	71	2,12	7	33	0,00	0,00	144	2,99	7	33	0,00	0,00	218	3,14	7	33	0,00	0,00	
42	1,89	7	31	0,30	0,30	74	1,98	7	33	0,00	0,00	145	2,22	7	33	0,00	0,00	219	2,87	7	33	0,00	0,00	
232	3,41	7	31	0,55	0,55	75	1,68	7	33	0,00	0,00	146	1,78	7	33	0,00	0,00	220	2,17	7	33	0,00	0,00	
255	2,62	7	31	0,42	0,42	77	2,42	7	33	0,00	0,00	147	2,82	7	33	0,00	0,00	221	2,27	7	33	0,00	0,00	
2	1,66	7	33	0,00	0,00	78	3,1	7	33	0,00	0,00	149	2,87	7	33	0,00	0,00	222	3,13	7	33	0,00	0,00	
3	1,71	7	33	0,00	0,00	79	3,25	7	33	0,00	0,00	150	3,05	7	33	0,00	0,00	223	2,91	7	33	0,00	0,00	
4	1,4	7	33	0,00	0,00	80	2,25	7	33	0,00	0,00	151	1,71	7	33	0,00	0,00	224	3,3	7	33	0,00	0,00	
5	1,54	7	33	0,00	0,00	82	3,16	7	33	0,00	0,00	152	3,23	7	33	0,00	0,00	225	3,31	7	33	0,00	0,00	
6	1,87	7	33	0,00	0,00	83	2,86	7	33	0,00	0,00	154	3,62	7	33	0,00	0,00	226	2,14	7	33	0,00	0,00	
7	2,57	7	33	0,00	0,00	84	1,94	7	33	0,00	0,00	155	2,9	7	33	0,00	0,00	227	3,15	7	33	0,00	0,00	
8	1,26	7	33	0,00	0,00	85	3,38	7	33	0,00	0,00	156	2,45	7	33	0,00	0,00	228	3,42	7	33	0,00	0,00	
9	2,12	7	33	0,00	0,00	86	1,92	7	33	0,00	0,00	157	2,13	7	33	0,00	0,00	229	2,5	7	33	0,00	0,00	
10	1,73	7	33	0,00	0,00	87	2,23	7	33	0,00	0,00	158	1,38	7	33	0,00	0,00	230	3,15	7	33	0,00	0,00	
12	1,71	7	33	0,00	0,00	88	3,15	7	33	0,00	0,00	159	1,1	7	33	0,00	0,00	231	3,28	7	33	0,00	0,00	
14	2,09	7	33	0,00	0,00	89	2,25	7	33	0,00	0,00	160	2,99	7	33	0,00	0,00	233	1,71	7	33	0,00	0,00	
15	2,21	7	33	0,00	0,00	90	2,35	7	33	0,00	0,00	161	3,334	7	33	0,00	0,00	234	3,17	7	33	0,00	0,00	
16	1,57	7	33	0,00	0,00	91	2,6	7	33	0,00	0,00	162	2,52	7	33	0,00	0,00	235	2,94	7	33	0,00	0,00	
17	2,01	7	33	0,00	0,00	92	1,89	7	33	0,00	0,00	163	3,61	7	33	0,00	0,00	236	3,33	7	33	0,00	0,00	
18	2,03	7	33	0,00	0,00	93	2,55	7	33	0,00	0,00	164	3,9	7	33	0,00	0,00	237	2,3	7	33	0,00	0,00	
19	1,42	7	33	0,00	0,00	94	3,43	7	33	0,00	0,00	165	2,51	7	33	0,00	0,00	238	2,48	7	33	0,00	0,00	
21	2,35	7	33	0,00	0,00	95	3,3	7	33	0,00	0,00	166	2,7	7	33	0,00	0,00	239	2,76	7	33	0,00	0,00	
22	1,92	7	33	0	0	96	3,59	7	33	0	0	167	1,76	7	33	0	0	241	2,6	7	33	0	0	
23	1,67	7	33	0	0	97	1,78	7	33	0	0	168	3,34	7	33	0	0	242	2,9	7	33	0	0	
24	2,06	7	33	0	0	98	2,04	7	33	0	0	169	3,91	7	33	0	0	243	2,68	7	33	0	0	
25	1,53	7	33	0	0	100	2,08	7	33	0	0	170	1,89	7	33	0	0	245	2,39	7	33	0	0	
26	1,62	7	33	0	0	101	2,94	7	33	0	0	171												

Annexe A7 : Mesure de la dégradation des grains fins, tableau des résultats

1. masse élémentaire de chaque échantillon avant mis en immersion à différentes températures

Fr.granulaire	Masse (g)
0,16/0,2	24
0,8/1	60
3/4	140

2. Dégradation des LAC LWS en fonction du temps et de la température

Jours	BS2 - 0,16/0,2				Jours	A2 0,16/0,2			
	100°C	80°C	60°C	40°C		100°C	80°C	60°C	40°C
3	10,92	9,42	14,96	8,79	3	22,38	19,63	26,75	14,13
7	17,75	9,71	9,29	9,08	7	31,33	20,50	18,33	17,83
14	37,08	36,42	14,29	12,04	14	47,00	34,63	26,75	23,13
30	37,08	36,42	14,29	12,04	30	47,00	34,63	26,75	23,13
70	37,46	37,42	16,29	12,71	70	47,88	44,29	43,33	25,54
Jours	BS2 - 0,8/1				Jours	A2 0,8/1			
	100°C	80°C	60°C	40°C		100°C	80°C	60°C	40°C
3	9,80	9,03	6,97	3,88	3	28,37	26,57	20,97	7,88
7	11,05	10,20	9,95	7,53	7	29,50	28,72	26,98	17,17
14	12,65	11,08	10,22	8,45	14	32,87	29,75	27,80	20,77
30	12,65	11,08	10,22	8,45	30	32,15	28,52	25,75	19,82
70	13,98	12,85	10,72	9,02	70	41,00	39,08	33,57	25,67
Jours	BS2 - 3/4				Jours	A2 3/4			
	100°C	80°C	60°C	40°C		100°C	80°C	60°C	40°C
3	7,28	5,78	2,60	1,31	3	26,67	24,02	13,24	3,41
7	8,10	6,88	4,49	2,49	7	29,32	28,83	20,68	9,31
14	8,34	7,04	4,88	2,76	14	29,69	29,37	23,58	14,66
30	8,34	7,04	4,88	2,76	30	29,69	29,37	23,58	14,66
70	10,00	9,47	7,26	4,56	70	35,69	33,07	29,10	20,70

Annexe A8 : Titration de la chaux en solution, tableau des résultats

J: Jours - C: Concentration de la chaux dans le bain (g/l)

BS3- 25/31,5								BS2- 25/31,5							
100°C		80°C		60°C		40°C		100°C		80°C		60°C		40°C	
J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C
0,2	0,05	0,2	0,00	0,2	0,00	0,2	0,00	0,2	0,01	0,2	0,01	0,2	0,00	0,2	0,00
1,0	0,27	1,0	0,04	1,1	0,01	1,1	0,00	1,0	0,03	1,0	0,03	1,1	0,01	1,1	0,00
3	0,44	3	0,21	3	0,14	3	0,07	3	0,07	3	0,08	3	0,03	3	0,01
6	0,54	6	0,34	6	0,25	6	0,19	6	0,11	6	0,11	6	0,06	6	0,01
8	0,55	8	0,44	8	0,27	8	0,36	8	0,11	8	0,13	8	0,07	8	0,02
10	0,55	10	0,48	10	0,33	10	0,38	10	0,11	10	0,15	10	0,07	10	0,02
14	0,52	15	0,57	15	0,44	15	0,51	14	0,11	15	0,15	15	0,09	15	0,04
17	0,52	17	0,60	17	0,49	17	0,51	17	0,12	17	0,16	17	0,10	17	0,05
20	0,53	20	0,64	20	0,55	20	0,53	20	0,12	20	0,17	20	0,11	20	0,05
22	0,53	22	0,66	22	0,57	22	0,55	22	0,12	22	0,17	22	0,12	22	0,06
24	0,53	24	0,67	24	0,61	24	0,57	24	0,13	24	0,17	24	0,12	24	0,07
28	0,61	28	0,74	28	0,64	28	0,63	28	0,13	28	0,19	28	0,13	28	0,07

BS1- 25/31,5							
100°C		80°C		60°C		40°C	
Jours	C	Jours	C	Jours	C	Jours	C
0,2	0,00	0,2	0,00	0,2	0,00	0,2	0,00
1,0	0,06	1,0	0,01	1,1	0,00	1,1	0,00
3	0,20	3	0,06	3	0,07	3	0,00
6	0,30	6	0,11	6	0,13	6	0,00
8	0,35	8	0,13	8	0,17	8	0,00
10	0,36	10	0,15	10	0,23	10	0,00
14	0,38	15	0,19	15	0,28	15	0,01
17	0,39	17	0,20	17	0,30	17	0,01
20	0,40	20	0,22	20	0,33	20	0,01
22	0,40	22	0,22	22	0,34	22	0,02
24	0,40	24	0,24	24	0,36	24	0,02
28	0,49	28	0,24	28	0,40	28	0,03

BS1															
100°C								80°C							
3,15/4		10/12,5		25/31,5		50/63		3,15/4		10/12,5		25/31,5		40/63	
J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C
0,2	0,112	0,2	0,032	1	0,035	0	0,003	0,2	0,056	0,2	0,060	1	0,02	0,2	0,004
1	0,140	1	0,077	2	0,035	1	0,022	1	0,126	1	0,063	2	0,04	1	0,016
3	0,280	3	0,182	5	0,140	3	0,046	3	0,280	3	0,144	5	0,14	3	0,036
7	0,294	7	0,175	7	0,210	4	0,086	8	0,364	8	0,158	7	0,22	4	0,060
9	0,294	9	0,126	9	0,245	7	0,128	9	0,364	9	0,175	9	0,25	7	0,091
18	0,378	11	0,119	12	0,252	9	0,145	16	0,434	16	0,217	12	0,27	9	0,107
23	0,420	23	0,133	14	0,189	11	0,164	23	0,434	23	0,210	14	0,25	11	0,121
29	0,476	30	0,133	16	0,161	14	0,173	30	0,448	30	0,203	16	0,20	14	0,139
				19,0	0,119	16	0,184					19	0,18	15,9	0,147
				23	0,112	18	0,190					23	0,16	18	0,153
				26	0,140	20	0,194					26	0,16	21	0,163
						23	0,193							23,8	0,169
						27	0,196							28	0,173

BS1															
60°C								40°C							
3,15/4		10/12,5		25/31,5		50/63		3,15/4		10/12,5		25/31,5		40/63	
J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C	J	C
0,2	0,098	0,2	0,049	1	0,014	0	0,004	0,2	0,084	0,2	0,042	1	0,00	0,3	0,001
1	0,140	1	0,063	2	0,042	1	0,004	3	0,238	3	0,084	2	0,00	1	0,002
3	0,238	3	0,112	5	0,140	3	0,005	8	0,238	8	0,091	5	0,00	3	0,002
7	0,252	7	0,154	7	0,231	4	0,005	14	0,336	14	0,084	7	0,00	4	0,003
10	0,336	10	0,168	9	0,343	7	0,008	18	0,350	18	0,084	9	0,00	7	0,004
14	0,406	14	0,175	12	0,364	9	0,014	24	0,392	24	0,077	12	0,00	9	0,007
22	0,406	22	0,203	14	0,392	11	0,045	31	0,427	31	0,077	14	0,00	11	0,010
				16	0,406	14	0,083					16	0,00	14	0,011
				19,0	0,497	16	0,107					19	0,00	16,1	0,011
				23	0,553	18	0,119					23	0,00	18	0,011
				26	0,595	21	0,159					26	0,00	21	0,012
						24	0,188							24,0	0,015
						28	0,228							28	0,022