

Douai, France
03-04 juillet 2014

TENEUR EN PÂTE DE CIMENT ET COEFFICIENT D'ABSORPTION D'EAU DES SABLES RECYCLÉS

Z. Zhao^A, S. Rémond^A, D. Damidot^A, W. Xu^B

A Département Génie Civil et Environnemental, Mines Douai, LGCgE, Douai, France

B Geotechnical Research Institute, Université de Hohai, Nanjing, Chine

RÉSUMÉ : Une méthode permettant de quantifier la teneur en pâte de ciment durcie dans les granulats recyclés (GR) est présentée. Cette méthode est basée sur la mesure de la fraction soluble des GR dans l'acide salicylique (FSAS). La FSAS est mesurée pour quatre classes granulaires croissantes sur des sables recyclés fabriqués au laboratoire puis sur des sables recyclés produits dans différentes plateformes de concassage. On montre que la FSAS dépend de la composition du ciment utilisé, de la composition du béton et du degré d'hydratation. Pour les granulats recyclés testés, la FSAS varie de manière quasi linéaire en fonction de la classe granulaire. Une méthode basée sur l'utilisation de la relation FSAS/absorption d'eau est proposée, permettant de déterminer précisément le coefficient d'absorption d'eau de la fraction 0/0.63mm des granulats recyclés.

1. INTRODUCTION

Les granulats recyclés (GR) sont composés d'un mélange intime de granulats naturels et de pâte de ciment durcie. Cette dernière est généralement beaucoup plus poreuse que les granulats naturels, la teneur et les propriétés de la pâte de ciment durcie ont donc une influence déterminante sur les propriétés des granulats recyclés. Plusieurs auteurs ont déjà montré que la teneur en pâte de ciment dans les granulats recyclés dépendait de la taille des particules (Topcu et al. 2004; Etxeberria et al, 2007). Les propriétés des granulats recyclés issus d'un même béton ne sont donc pas homogènes dans toutes les classes granulaires. Généralement, la teneur en pâte de ciment augmente lorsque la taille des particules diminue. Les sables recyclés possèdent ainsi des teneurs en pâte de ciment nettement plus élevées que les gravillons recyclés.

Les teneurs élevées en pâte de ciment dans les sables recyclés pénalisent lourdement leurs propriétés d'usage par rapport aux gravillons recyclés. Les sables recyclés possèdent en particulier un coefficient d'absorption d'eau très élevé qui doit être mesuré avec précision si l'on veut pouvoir déterminer la quantité d'eau efficace dans les mortiers ou les bétons contenant ces sables. Or, la mesure du coefficient d'absorption d'eau des sables concassés est délicate, notamment lorsque ceux-ci contiennent des quantités importantes de fines. L'amélioration des méthodes de mesure du coefficient d'absorption d'eau est ainsi nécessaire afin de promouvoir la valorisation des sables recyclés dans les mortiers ou les bétons.

La connaissance de la teneur en pâte de ciment dans les GR permettrait de mieux maîtriser leurs propriétés d'usage. Ces dernières, notamment le coefficient d'absorption d'eau, dépendent en effet directement de la quantité et de la porosité de la pâte de ciment durcie contenue dans les GR. Plusieurs méthodes ont ainsi été proposées dans la littérature pour mesurer la teneur en pâte de ciment ou en mortier adhérent dans les granulats recyclés. (De Juan et Gutiérrez, 2009) ont proposé une méthode basée sur une succession de cycles de chauffage et d'immersion dans l'eau des GR

permettant de détacher progressivement le mortier adhérent aux gravillons recyclés. (Abbas et al., 2009) ont utilisé l'analyse d'image sur des sections polies afin de mesurer la quantité de mortier résiduel dans des gravillons recyclés. (Nagataki et al., 2004) ont utilisé une solution d'acide chlorhydrique pour dissoudre la pâte de ciment adhérente dans les GR. Toutefois, les deux premières méthodes permettent uniquement de mesurer la teneur en mortier adhérent et ne s'appliquent qu'aux gravillons recyclés. De plus, la dissolution dans l'acide chlorhydrique n'est pas applicable aux GR contenant des granulats calcaires. A l'heure actuelle, il n'existe pas de méthode simple permettant de quantifier la teneur en pâte de ciment durcie dans les GR, quelle que soit la taille et la nature minéralogique de ceux-ci.

Le premier objectif de ce travail est de développer, puis de valider, une méthode simple permettant de quantifier la teneur en pâte de ciment durcie dans les GR, notamment dans les sables recyclés. Ensuite, à partir de la connaissance de la teneur en pâte de ciment durcie, on cherche à proposer une méthode fiable permettant la mesure du coefficient d'absorption d'eau des sables recyclés.

2. MATERIAUX

2.1 GR fabriqués en laboratoire

Trois bétons notés OC1, OC2 et OC3 ont tout d'abord été fabriqués en laboratoire puis concassés dans un concasseur à mâchoires après 28 et 90 jours de cure en immersion afin de disposer de GR dont on connaît la composition du béton d'origine. Ces bétons ont tous été réalisés avec un ciment blanc (CEM I 52.5 "superblanc" de la société Lafarge) et avec des granulats naturels concassés (granulat calcaire du Tournaisis fourni par la société Hoclum). Le Tableau 1 présente la composition et les principales caractéristiques des trois bétons.

Tableau 1. Compositions des trois bétons fabriqués en laboratoire

	OC1	OC2	OC3
Gravillons (kg)	1138.3	1040.7	1018.9
Sable (kg)	756.4	691.5	677.0
Ciment (kg)	298.8	375.7	474.8
Eau efficace(kg)	179.3	225.4	189.9
Eau absorbée(kg)	17.2	15.7	15.4
E_{eff}/C	0.6	0.6	0.4
Volume de pâte (dm ³)	278	350	347
Affaissement (cm)	5.8	20.3	5.6
Rc ₂₈ (MPa)	41	41	51
Rc ₉₀ (MPa)	47.5	46.5	57.5

Après concassage, la fraction 0/5mm des GR obtenus a été subdivisée en quatre classes granulaires : 0/0.63mm, 0.63/1.25mm, 1.25/2.5mm et 2.5/5mm. Ces GR ont été séchés à 105°C puis conservés en sacs étanches de manière à limiter autant que possible la carbonatation.

Des pâtes de ciment pures de rapports E/C=0.4 et 0.6 ont également été réalisées et conservées en immersion pendant 90 jours. Elles ont été fabriquées avec le ciment blanc précédent ainsi qu'avec un ciment gris (CEM II 52.5 de la société Holcim). Le Tableau 2 présente les compositions minéralogiques de ces deux ciments déterminées avec la méthode de Rietveld.

Tableau 2 : composition minéralogique des deux ciments utilisés

	C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	Anhydrite	Calcite	Périclase	Gypse	Quartz
Ciment blanc	73.90	21.87	1.46	-	0.52	1.53	0.72	-	-
Ciment gris	52.37	8.01	8.86	8.89	0.74	17.93	0.46	2.05	0.7

2.2 GR industriels

Trois sables recyclés produits dans des plateformes de concassage industrielles ont également été utilisés. Les deux premiers notés GRi1 et GRi2 nous ont été fournis par la société Colas et ont été produits respectivement sur les plateformes VALORMAT à Amiens et sur celle de Louvres. Le troisième, noté GRi3 est le sable recyclé utilisé dans le Projet National français Recybéton. Seule la fraction 0/5mm de ces sables a été étudiée et ils ont été subdivisés dans les 4 classes granulaires utilisées précédemment pour les GR fabriqués en laboratoire.

3. MESURE DE LA TENEUR EN PATE DE CIMENT DANS LES SABLES RECYCLES

3.1 Protocole expérimental

Parmi les méthodes simples recensées dans la littérature, seule la dissolution dans une solution d'acide est applicable aux sables recyclés. Toutefois, la dissolution dans l'acide chlorhydrique ne s'applique pas aux granulats recyclés contenant des granulats naturels calcaires. Nous avons donc développé une méthode basée sur la dissolution de la pâte de ciment durcie des GR dans une solution d'acide salicylique. La dissolution sélective des silicates dans l'acide salicylique est en effet bien connue (Gutteridge, 1979; Luke et Glasser, 1984). Le Tableau 3 résume les principales phases insolubles et solubles dans l'acide salicylique.

Tableau 3. Principales phases insolubles et solubles dans l'acide salicylique

Phases insolubles	Phases solubles
C ₃ A, C ₄ AF, Gypse	C ₂ S, C ₃ S
Quartz, Dolomite	CaO, Ca(OH) ₂
Calcite	C-S-H
C ₃ AH ₆ , AFm	Ettringite

Le protocole expérimental adopté pour cette mesure est le suivant (Zhao et al., 2013):

- Un échantillon représentatif de GR est séché à 105°C jusqu'à masse constante, puis broyé à une dimension inférieure à 200 µm
- 0.5g (masse M₁) de l'échantillon broyé sont ensuite immergés dans une solution de 14 g d'acide salicylique dans 80 ml de méthanol et mis sous agitation pendant 1 heure
- La fraction solide est filtrée sur un verre fritté (Pyrex N°4, dimension des pores : 10-16µm) et lavée quatre fois avec du méthanol (2-3 mm au dessus du filtre à chaque lavage)
- Le résidu solide est séché au four à 70°C jusqu'à masse constante (masse M₂)
- La fraction soluble dans l'acide salicylique est ensuite calculée de la manière suivante (équation 1) :

$$FSAS(\%) = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \quad \text{Équation 1}$$

3.2 Calcul théorique de la FSAS

Le Tableau 3 montre que l'acide salicylique ne va pas dissoudre en totalité la pâte de ciment contenue dans les GR. La FSAS ne représente donc pas exactement la teneur en pâte de ciment (TPC). Toutefois, la différence entre FSAS et TPC peut être estimée de manière théorique. Le Tableau 4 présente les équations chimiques retenues pour la modélisation de l'hydratation d'une pâte de ciment (CEM I) ainsi que les rapports stœchiométriques correspondants.

La fraction soluble dans l'acide salicylique, au degré d'hydratation α , peut être calculée en fonction de la quantité de ciment anhydre soluble (C₃S et C₂S) et d'hydrates solubles (C-S-H, CH et ettringite). Compte tenu des équations prises en compte pour l'hydratation des aluminates (réaction avec le gypse et non pas avec l'anhydrite), on considère que l'anhydrite s'hydrate d'abord en gypse avant de réagir avec les aluminates. On suppose aussi que le gypse et l'anhydrite sont présents dans le ciment

en quantités stœchiométriques de manière à ce que la réaction avec les aluminates soit complète au degré d'hydratation maximal. La FSAS est ainsi donnée par l'équation 2 :

$$FSAS(\alpha) = \frac{M_{anh,sol} + M_{hydr,sol}}{M_a + M_{in} + M_{anh} + M_{hydr}} \quad \text{Équation 2}$$

où $M_{anh,sol}$ et $M_{hydr,sol}$ sont les masses d'anhydres et d'hydrates solubles dans l'acide salicylique pour un degré d'hydratation α , M_a est la masse de granulats naturels (considérés comme insolubles), M_{in} est la masse de constituants "inertes" dans le ciment considérés comme insolubles (calcite par exemple), M_{anh} et M_{hydr} sont les masses de ciment (C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF , gypse et anhydrite) et d'hydrates pour le degré d'hydratation α .

Tableau 4 : équations chimiques et rapports (E/C) stœchiométriques correspondants

Équation chimique	Rapport stœchiométrique
$C_3S + 5.5H \rightarrow C_{1.7}SH_{4.2} + 1.3CH$	$(E/C_3S) = 0.434$
$C_2S + 4.5H \rightarrow C_{1.7}SH_{4.2} + 0.3CH$	$(E/C_2S) = 0.471$
$C_3A + 3\bar{C}SH_2 + 26H \rightarrow C_6\bar{A}\bar{S}_3H_{32}(Ett)$	$((E + \bar{C}SH_2)/C_3A)_{Ett} = 3.644$
$C_3A + \bar{C}SH_2 + 10H \rightarrow C_4\bar{A}\bar{S}H_{12}(AFm)$	$((E + \bar{C}SH_2)/C_3A)_{AFm} = 1.304$
$C_4AF + 3\bar{C}SH_2 + 30H \rightarrow CH + FH_3 + C_6\bar{A}\bar{S}_3H_{32}(Ett)$	$((E + \bar{C}SH_2)/C_4AF)_{Ett} = 2.173$
$C_4AF + \bar{C}SH_2 + 14H \rightarrow CH + FH_3 + C_4\bar{A}\bar{S}H_{12}(AFm)$	$((E + \bar{C}SH_2)/C_4AF)_{AFm} = 0.872$
$\bar{C}\bar{S} + 2H \rightarrow \bar{C}\bar{S}H_2$	$(E/\bar{C}\bar{S}) = 0.265$

Dans tout ce qui suit, le degré d'hydratation α (Équation 3) correspond au taux de consommation du ciment anhydre (les phases inertes, type calcite, ne sont pas prises en compte). Le degré d'hydratation varie donc entre 0 et 1, quelle que soit la composition du ciment.

$$\alpha = \frac{M_{anh,consommés}}{M_{anh,0}} \quad \text{Équation 3}$$

On définit également deux grandeurs x (Equation 4) et y (Equation 5), permettant de quantifier la fraction soluble du ciment dans l'eau et la fraction soluble du ciment dans l'acide salicylique:

$$x = \frac{M_{anh,0}}{M_{ci}} = C_3S + C_2S + C_3A + C_4AF + \bar{C}\bar{S}H_2 + \bar{C}\bar{S} \quad \text{Équation 4}$$

$$y = \frac{M_{anh,sol}}{M_{anh}} = \frac{C_3S + C_2S}{C_3S + C_2S + C_3A + C_4AF + \bar{C}\bar{S}H_2 + \bar{C}\bar{S}} \quad \text{Équation 5}$$

Où M_{ci} est la masse de ciment initiale ($M_{ci} = M_{in,0} + M_{anh,0}$), C_3S , C_2S , ... sont les teneurs des différents constituants du ciment déterminées avec la méthode de Rietveld (Tableau 2).

On suppose que la composition du ciment anhydre ne change pas au cours de l'hydratation (les proportions relatives de C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF , gypse et anhydrite sont donc supposées constantes).

Par conséquent, le paramètre y est également constant au cours de l'hydratation. Enfin, on suppose que tout au long de l'hydratation, les aluminates forment 25% d'ettringite et 75% d'AFm. Avec l'ensemble des hypothèses précédentes, les masses d'anhydres et d'hydrates totales et solubles dans l'acide salicylique pour un degré d'hydratation α peuvent s'écrire :

$$M_{anh} = xM_{ci}(1 - \alpha) \quad \text{Équation 6}$$

$$M_{anh,sol} = yxM_{ci}(1 - \alpha) \quad \text{Équation 7}$$

La masse d'hydrates solubles dans l'acide salicylique s'écrit :

$$M_{hydr,sol} = M_{C-S-H} + M_{CH} + M_{Ett} = \alpha M_{ci} \left\{ \begin{array}{l} C_3S \left[1 + \left(\frac{E}{C_3S} \right) \right] + C_2S \left[1 + \left(\frac{E}{C_2S} \right) \right] + \\ 0.25 \left\{ C_3A \left[1 + \left(\frac{E}{C_3A} \right)_{Ett} \right] + C_4AF \left[1 + \left(\frac{E}{C_4AF} \right)_{Ett} \right] \right\} \end{array} \right\} \quad \text{Équation 8}$$

En posant :

$$C_{sol} = C_3S + C_2S + 0.25(C_3A + C_4AF) \quad \text{Équation 9}$$

$$\left(\frac{E}{C} \right)_{sol} = C_3S \left(\frac{E}{C_3S} \right) + C_2S \left(\frac{E}{C_2S} \right) + 0.25 \left[C_3A \left(\frac{E}{C_3A} \right)_{Ett} + C_4AF \left(\frac{E}{C_4AF} \right)_{Ett} \right] \quad \text{Équation 10}$$

$$\left(\frac{E}{C} \right)_{moy} = \left\{ \begin{array}{l} C_3S \left(\frac{E}{C_3S} \right) + C_2S \left(\frac{E}{C_2S} \right) + C\bar{S} \left(\frac{E}{C\bar{S}} \right) + 0.25C_3A \left(\frac{E}{C_3A} \right)_{Ett} + \\ 0.75C_3A \left(\frac{E}{C_3A} \right)_{AFm} + 0.25C_4AF \left(\frac{E}{C_4AF} \right)_{Ett} + 0.75C_4AF \left(\frac{E}{C_4AF} \right)_{AFm} \end{array} \right\} \quad \text{Équation 11}$$

On obtient :

$$M_{hyd} = \alpha x M_{ci} + \alpha M_{ci} \left(\frac{E}{C} \right)_{moy} \quad \text{Équation 12}$$

$$M_{hyd,sol} = \alpha M_{ci} \left(C_{sol} + \left(\frac{E}{C} \right)_{sol} \right) \quad \text{Équation 13}$$

Finalement la FSAS peut être calculée selon :

$$FSAS = \frac{yxM_{ci}(1 - \alpha) + \alpha M_{ci} \left(C_{sol} + \left(\frac{E}{C} \right)_{sol} \right)}{M_a + M_{ci} + \alpha M_{ci} \left(\frac{E}{C} \right)_{moy}} \quad \text{Équation 14}$$

3.3 Application sur pâtes pures

Le Tableau 5 présente, pour les deux ciments utilisés, les grandeurs nécessaires au calcul du paragraphe précédent. La figure 1 montre la variation de la FSAS pour deux pâtes pures de ciment gris et de ciment blanc (pâte OC1) ainsi que pour le mortier du béton OC1 et pour le béton OC1 lui-même. Les deux traits horizontaux représentent la FSAS mesurées sur les pâtes pures de ciment blanc et de ciment gris avec le protocole présenté ci-dessus. On voit que les FSAS obtenues expérimentalement sont très proches des valeurs calculées pour les deux pâtes pures. La Figure 1 montre que la mesure de la FSAS permet une détermination précise de la teneur en pâte de ciment dans le cas du ciment blanc (FSAS proche de 1 pour la pâte pure). En revanche, pour une pâte de ciment gris, la FSAS reste inférieure à la teneur en pâte de ciment.

Tableau 5 : grandeurs nécessaires au calcul de la FSAS pour les deux ciments

	x	y	C_{sol}	$(E/C)_{sol}$	$(E/C)_{moy}$
Ciment blanc	0.9775	0.9797	0.9614	0.4370	0.4527
Ciment gris	0.8092	0.7462	0.6482	0.3940	0.5408

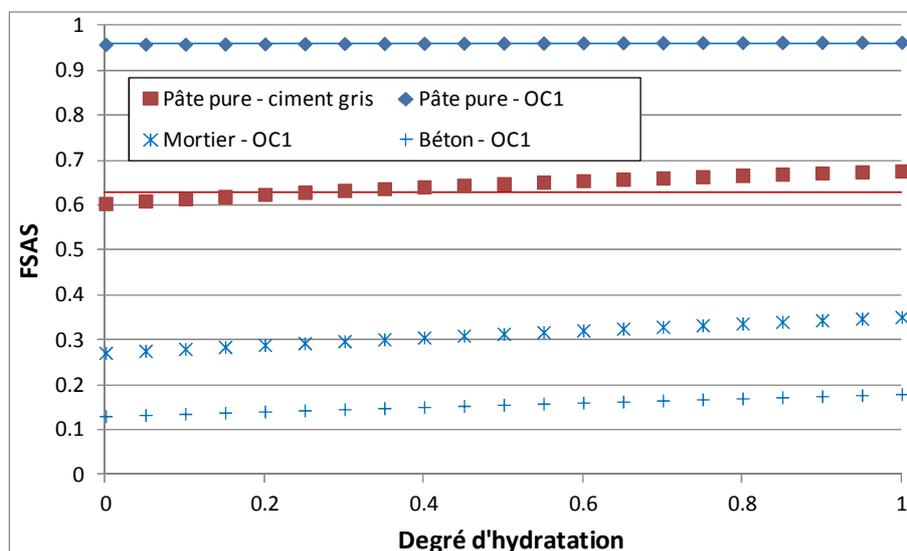


Figure 1. Évolution de la FSAS théorique pour une pâte pure de ciment gris, et pour la pâte pure, le mortier et le béton correspondant à la composition OC1. Comparaison avec les valeurs mesurées à 90 jours sur pâtes pures (traits pleins).

3.4 Variation de la FSAS en fonction de la classe granulaire et de la composition du béton

Le tableau 6 présente les valeurs de FSAS obtenues pour les trois bétons de laboratoire à 28 et 90j et pour les quatre classes granulaires étudiées ainsi que pour la fraction complète 0/5mm. La FSAS est comparée à la valeur théorique calculée en fonction de la composition du béton d'origine (pour le mortier et le béton).

On observe tout d'abord que, quel que soit le béton et quelle que soit l'échéance, la FSAS augmente lorsque la taille des particules diminue. Ce résultat confirme certains travaux de la littérature (Topcu et al. 2004; Etxeberria et al, 2007). Une tendance quasi linéaire est même obtenue pour la relation FSAS/taille des grains avec l'ensemble de ces bétons (coefficient de corrélation R^2 compris entre 0.82 et 0.99).

De plus, on constate que, quelle que soit la fraction granulaire, les GR ne sont jamais plus riches en pâte que le mortier. Ceci montre que le sable recyclé ne contient pas seulement du mortier recyclé mais également une partie des gravillons naturels qui ont été fractionnés en particules plus petites lors du concassage.

On observe également que, quel que soit le béton, la FSAS obtenue après 90j est supérieure à celle du même béton âgé de seulement 28 jours, la différence entre les deux échéances étant toutefois très

faible. Ce résultat est confirmé par le calcul théorique précédent qui montre que, pour le mortier ou le béton OC1, la FSAS augmente de façon monotone avec le degré d'hydratation.

Enfin, on peut voir que la FSAS dépend étroitement de la composition du béton initial. La FSAS des GR issus du béton OC1 est plus faible que celle des GR issus de OC2 qui contient un volume de pâte de ciment supérieur, pour un même rapport E/C. De même, la FSAS des GR issus du béton OC2 est plus faible que celle des GR issus de OC3 qui, pour un même volume de pâte, contient une pâte plus dense (rapport E/C plus faible). En définitive, la FSAS dépend étroitement du dosage en ciment et en granulats du béton d'origine, comme le montre l'équation 14.

Tableau 6 : FSAS pour les différentes classes granulaires dans les GR fabriqués au laboratoire

Fractions	GR-OC1-28	GR-OC1-90	GR-OC2-28	GR-OC2-90	GR-OC3-28	GR-OC3-90
0/0.63	26.54	27.28	32.66	39.01	37.31	38.36
0.63/1.25	24.98	25.72	29.51	32.63	35.68	35.86
1.25/2.5	23.25	23.60	27.06	27.79	31.53	33.22
2.5/5	19.35	20.76	23.16	25.35	28.29	29.34
0/5	22.58	23.35	26.55	29.27	31.59	32.63
FSAS calculée béton	16.15	17.00	20.92	21.97	25.44	26.66
FSAS calculée mortier	32.44	33.84	39.71	41.25	45.87	47.49

La Figure 2 présente la variation de la FSAS en fonction de la classe granulaire pour les GR issus des trois bétons de laboratoire à 90j et pour les trois GR industriels. Pour l'ensemble de ces GR, on trouve une relation quasi-linéaire entre la FSAS et la taille des particules (R^2 compris entre 0.77 et 0.99). Les valeurs de FSAS obtenues pour les GR industriels sont nettement plus faibles que celles mesurées sur les bétons de laboratoire. Ce résultat provient d'une part de la nature du ciment utilisé dans la fabrication des bétons d'origine (probablement des CEM II contenant une fraction insoluble dans l'acide salicylique importante) et d'autre part d'une carbonatation éventuelle de la pâte de ciment réduisant également la fraction soluble.

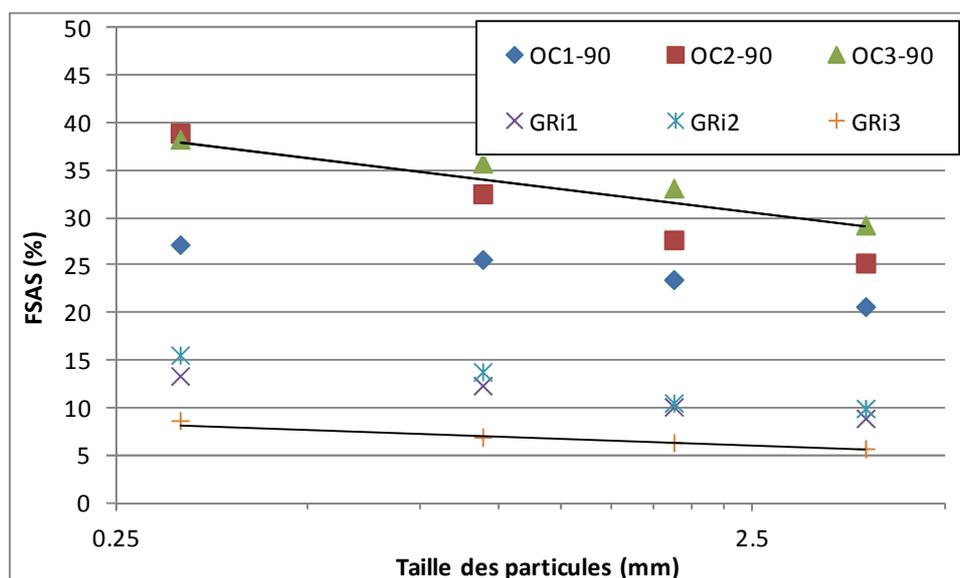


Figure 2. Variation de la FSAS en fonction de la taille des particules

4. MESURE DE L'ABSORPTION D'EAU DES SABLES RECYCLES

4.1 Protocole expérimental

Le coefficient d'absorption d'eau de chaque classe granulaire des différents GR étudiés a été déterminé en se basant sur deux protocoles distincts, le protocole défini dans la norme NF EN-1097-6

et celui de la méthode IFSTTAR n°78. Ces deux méthodes ont toutefois été légèrement modifiées pour nos essais, de la manière suivante:

- Un échantillon représentatif de la classe granulaire étudiée est immergé pendant 24 h dans l'eau,
- Après avoir été égoutté, l'échantillon est séché successivement sur plusieurs feuilles de papier absorbant jusqu'à ce qu'aucune trace d'humidité ne soit visible sur ces dernières (dans cet état, on considère que l'état Saturé Surface Sèche au sens de la méthode IFSTTAR est atteint), l'échantillon est pesé (masse $M_{SSS,IFSTTAR}$)
- L'échantillon est ensuite séché progressivement sous un courant d'air chaud et soigneusement homogénéisé, l'état SSS selon la norme NF EN 1097-6 est déterminé conformément au protocole normalisé (avec le mini-cône), l'échantillon est pesé (masse $M_{SSS,norme}$)
- L'échantillon est ensuite séché en étuve à 105°C jusqu'à masse constante (masse M_{sec})
- Les coefficients d'absorption d'eau $WA_{IFSTTAR}$ et WA_{norme} sont ensuite calculés selon l'équation 15 :

$$WA_{IFSTTAR} = \frac{M_{SSS,IFSTTAR} - M_{sec}}{M_{sec}} \quad \text{et} \quad WA_{norme} = \frac{M_{SSS,norme} - M_{sec}}{M_{sec}} \quad \text{Équation 15}$$

4.2 Coefficient d'absorption d'eau en fonction de la classe granulaire

La Figure 3 montre la variation du coefficient d'absorption d'eau (selon la norme et selon la méthode IFSTTAR) en fonction de la taille des particules pour les GR fabriqués au laboratoire après 28 jours. Des tendances similaires ont été obtenues après 90 jours et avec les GR industriels. On observe que, pour les trois fractions granulaires les plus grossières, les valeurs obtenues par les deux méthodes sont très proches les unes des autres (l'écart absolu est inférieur à 1%, quel que soit le GR étudié, aussi bien pour les GR industriels que pour les GR fabriqués en laboratoire). Ce résultat indique que les deux protocoles utilisés permettent de déterminer l'état SSS de manière satisfaisante pour les particules grossières. En revanche, on voit que la méthode normalisée sous estime le coefficient d'absorption de la fraction 0/0.63mm alors que la méthode IFSTTAR la surestime. La Figure 4 montre la fraction fine du GR issu du béton OC1-28 dans les état SSS obtenus selon les méthodes IFSTTAR et norme.

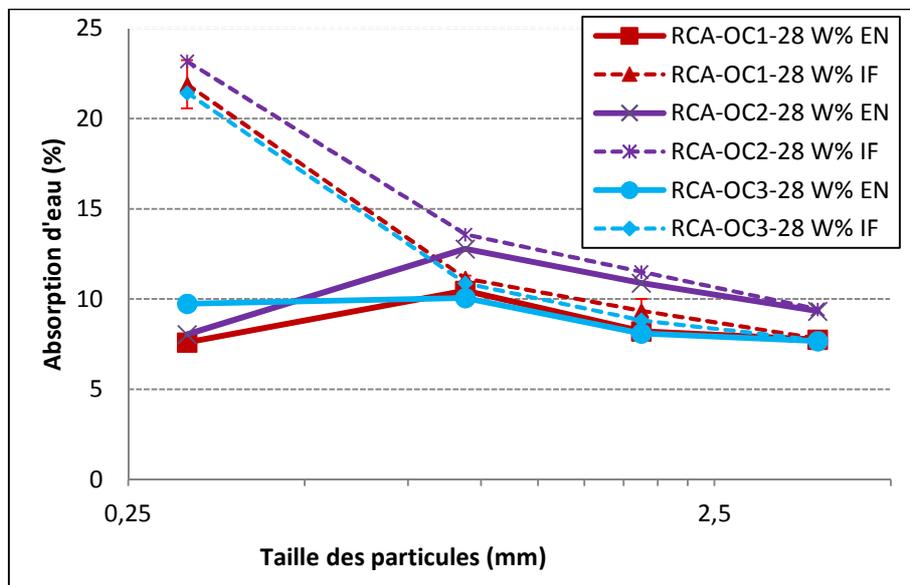


Figure 3. Variation du coefficient d'absorption d'eau en fonction de la taille des particules

Dans le cas de la méthode IFSTTAR, on observe au microscope optique des agglomérats de dimensions importantes (jusqu'à 3mm). Ces agglomérats sont nettement plus gros que les particules présentes dans la fraction granulaire étudiée (0/0.63mm). Le protocole IFSTTAR ne permet donc pas la rupture de tous les agglomérats dus aux forces de capillarité. Ces agglomérats sont probablement

secs en surface, en revanche, ils contiennent encore une quantité d'eau intergranulaire qui ne devrait pas être comptée dans la mesure de l'état SSS, ce qui explique la surestimation de l'absorption d'eau de la fraction fine par cette méthode.

Au contraire, dans le cas de la méthode normalisée, on observe une pointe de particules fines en partie supérieure du cône de sable, après étalement. Malgré un séchage important et en dépit de l'absence d'eau en surface des grains, la finesse et probablement l'angularité des particules confèrent une certaine cohésion au matériau. Ceci explique que le protocole normalisé sous-estime l'absorption d'eau de la fraction fine.

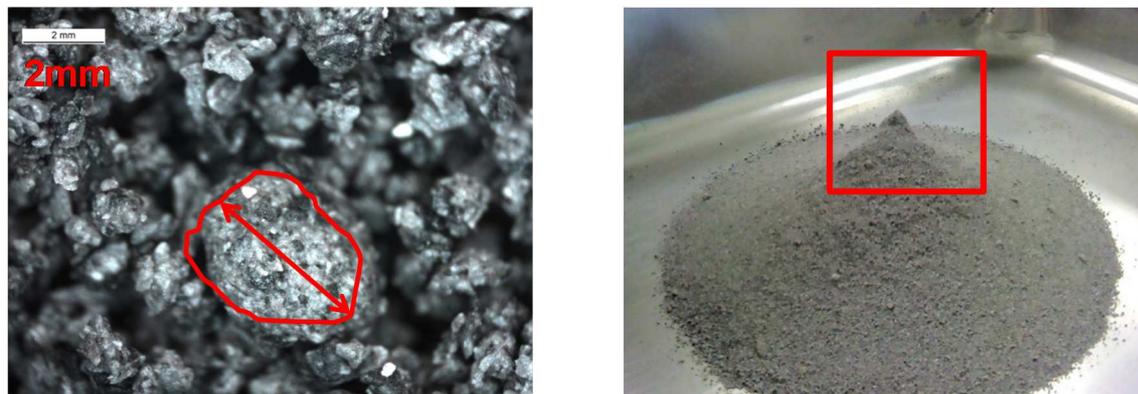


Figure 4. Vue au microscope optique de la fraction 0/0.63mm du GR-OC1-28 dans l'état SSS_{IFSTTAR} et vue d'un essai au cône dans l'état SSS_{norme}.

4.3 Utilisation de la FSAS pour la mesure de d'absorption d'eau de la fraction fine

L'absorption d'eau des granulats recyclés (WA_{GR}) dépend de l'absorption d'eau des granulats naturels (WA_{GN}), de celle de la pâte de ciment adhérente (WA_{PC}) et des proportions relatives de ces deux phases. Pour une composition donnée du béton d'origine, et en supposant que les propriétés de la pâte de ciment adhérente ne dépendent pas de la fraction granulaire considérée, on peut donc écrire (Equation 16) :

$$WA_{GR} = WA_{PC} \times TPC + WA_{GN} \times (1 - TPC) \quad \text{Équation 16}$$

De plus, la dernière hypothèse permet de considérer que, dans chaque fraction granulaire, le rapport FSAS/TPC est constant. L'équation 16 montre ainsi que le coefficient d'absorption d'eau des GR doit être proportionnel à la FSAS.

La Figure 5 montre la variation du coefficient d'absorption d'eau en fonction de la FSAS pour 4 GR étudiés. Le coefficient d'absorption de la fraction la plus fine est obtenu par extrapolation linéaire de la relation CA/FSAS déterminée à partir des 3 fractions grossières. Dans le cas du granulat GR-OC3-90, nous avons également représenté les coefficients d'absorption de la fraction 0/0.63mm obtenus par les deux méthodes expérimentales. On voit bien ici que les protocoles expérimentaux utilisés ne sont pas adaptés à la mesure du coefficient d'absorption d'eau de la fraction fine.

Nous proposons donc la méthode suivante pour mesurer précisément le coefficient d'absorption d'eau de la fraction fine des GR :

- Le GR doit tout d'abord être séparé en différentes fractions granulaires représentant chacune une proportion suffisante du matériau (au moins 10%). Dans cette étude, les 4 fractions granulaires suivantes ont été retenues 0/0.63mm, 0.63/1.25mm, 1.25/2.5mm, 2.5/5mm.
- La FSAS de chaque fraction granulaire doit ensuite être mesurée avec le protocole proposé dans la section 2.1.
- Le coefficient d'absorption d'eau des fractions granulaires grossières (supérieures à 0.63mm) est déterminé selon la norme EN 1097-6 (ou selon une autre méthode donnant des résultats équivalents).

- d) Le coefficient d'absorption d'eau de la fraction fine peut finalement être obtenu par extrapolation de la relation WA/FSAS, déterminée pour les fractions grossières.
- e) Le coefficient d'absorption du GR peut être calculé à partir des coefficients d'absorption et des proportions de chaque classe granulaire.

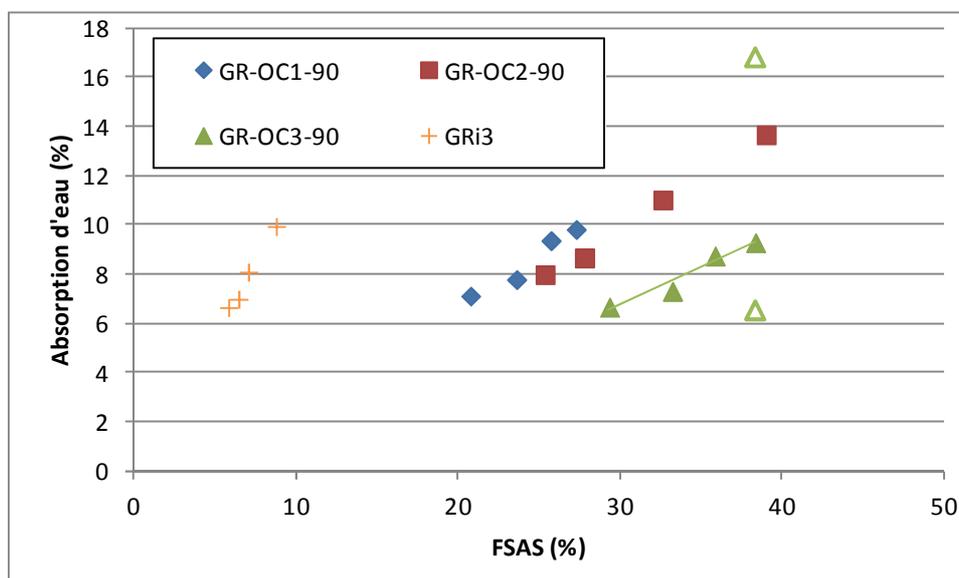


Figure 5. Variation du coefficient d'absorption d'eau en fonction de la FSAS pour 4 GR. Le coefficient d'absorption de la fraction la plus fine est obtenu par extrapolation linéaire (pour GR-OC3-90, les symboles vides indiquent les coefficients d'absorption obtenus expérimentalement sur la fraction 0/0.63mm avec les méthodes normalisée et IFSTTAR)

5. CONCLUSION

Une méthode simple permettant de quantifier la teneur en pâte de ciment (TPC) dans les GR a été proposée. Cette dernière est basée sur la mesure de la fraction soluble des GR dans l'acide salicylique (FSAS). La FSAS est généralement inférieure à la TPC pour les ciments courants. Toutefois, elle peut être calculée de manière théorique à partir de la composition du ciment, dans le cas d'un CEM I. La différence entre TPC et FSAS peut ainsi être évaluée.

La FSAS a été mesurée pour différents types de GR. Trois GR fabriqués au laboratoire dont la composition est parfaitement connue et trois GR fabriqués sur des plateformes de concassage industrielles ont été caractérisés. Ces GR ont été séparés en quatre fractions granulaires et, pour chacune d'entre elles, la FSAS a été mesurée ainsi que l'absorption d'eau, selon deux protocoles expérimentaux différents (norme EN 1097-6 et méthode IFSTTAR).

Quel que soit le GR utilisé dans notre étude, la FSAS varie quasi linéairement en fonction de la taille moyenne des particules. Les coefficients d'absorption d'eau, mesurés selon la norme et selon la méthode IFSTTAR pour les trois fractions granulaires les plus grosses, sont très proches. En revanche, la norme sous-estime l'absorption d'eau de la fraction 0/0.63mm alors que la méthode IFSTTAR la surestime. Une relation linéaire est obtenue entre coefficient d'absorption d'eau et FSAS pour les trois fractions grossières. Cette relation permet de déterminer précisément le coefficient d'absorption d'eau de la classe granulaire 0/0.63mm.

REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient la société Lafarge pour la fourniture du ciment blanc et la société Holcim pour la fourniture des granulats naturels et du ciment gris. Ils remercient également la société Colas et le Projet National Recybéton pour la fourniture des granulats recyclés. Enfin, les auteurs remercient le China Scholarship Council (CSC) pour son soutien financier.

REFERENCES

- Topcu I.B., Sengel S. (2004) Properties of concretes produced with waste concrete aggregate. *Cement and Concrete Research*, 34(8):1307-12.
- Etxeberria, M., Vázquez, E., Marí, A., Barra, M. (2007) Influence of amount of recycled coarse aggregates and production process on properties of recycled aggregate concrete. *Cement and Concrete Research*, 37(5):735-742.
- De Juan M.S., Gutiérrez P.A. (2009) Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate. *Construction and Building Materials*, 23:872-877.
- Abbas A., Fathifazi G., Fournier B., Isgor O.B., Zavadil R., Razaqpur A.G., Foo S. (2009) Quantification of the residual mortar content in recycled concrete aggregates by image analysis. *Materials Characterization*, 60:716-728.
- Nagataki, S., Gokce, A., Saeki, T., Hisada, M. (2004) Assessment of recycling process induced damage sensitivity of recycled concrete aggregates. *Cement and Concrete Research*, 34(6):965-971.
- Gutteridge W.A. (1979) On the dissolution of the interstitial phases in Portland cement. *Cement and Concrete Research*, 9:319-24.
- Luke K., Glasser F.P. (1987) Selective dissolution of hydrated blast furnace slag cements. *Cement and Concrete Research*, 17:273-82.
- Zhao Z., Rémond S., Damidot D., Xu W. (2013), Influence of hardened cement paste content on the water absorption of fine recycled concrete aggregates, *Journal of Sustainable Cement-Based Materials*, 2/3-4, 186-203.