LIÈGE université Library

https://lib.uliege.be

https://matheo.uliege.be

Travail de fin d'études / Projet de fin d'études : Traitement des granulats de béton recyclés pour atténuer la réaction alcali-granulat

Auteur : Delaforge, Pierre
Promoteur(s) : Courard, Luc
Faculté : Faculté des Sciences appliquées
Diplôme : Master : ingénieur civil architecte, à finalité spécialisée en "urban and environmental engineering"
Année académique : 2021-2022
URI/URL : http://hdl.handle.net/2268.2/14566

Avertissement à l'attention des usagers :

Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative"(BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.

Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.

Traitement des granulats de béton recyclés pour atténuer la réaction alcali-granulat

Pierre Louis Delaforge

Traitement par carbonatation des granulats : essais de réactivité sur mortier

Travail de fin d'études réalisé en vue de l'obtention du grade de master ingénieur Civil Architecte par Pierre Louis Delaforge

Promoteur : Luc Courard

Jury : Sophie Grigoletto, Boyan Mihaylov, Shady Attia, Benoît Bissonnette.

Année Académique 2021-2022

Présenté en juin 2022

Université de Liège - Faculté des Sciences Appliquées

Master Ingénieur Civil Architecte, à finalité

Remerciements

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de mon travail de fin d'études et qui m'ont aidé à l'exécution des expériences ou à la rédaction de ce mémoire.

Je tiens tout particulièrement à remercier mon promoteur, Luc Courard, pour m'avoir donné l'opportunité d'accomplir ce travail en plaçant sa confiance en moi. Ses conseils et son accompagnement ont été précieux tout au long de ce travail.

Mes remerciements vont aussi à Sophie Grigoletto, qui m'a accompagné à chaque étape de ce travail. Sophie a toujours été une source de bons conseils afin de faire progresser la qualité et la cohérence de mes travaux. Son aide à toujours été précieuse pour la bonne réalisation des expériences.

Enfin je souhaite remercier l'ensemble de l'équipe du laboratoire des matériaux de construction et son directeur Frédéric Michel, pour leur écoute, leurs conseils sur le bon usage du matériel, le respect des règles environnementales et de sécurité.

Résumé

Les granulats de béton recyclés sont une opportunité pour améliorer la performance environnementale du secteur de la construction. Ces granulats diminuent largement la résistance mécanique et la durabilité des bétons qu'ils composent. En particulier, les granulats naturels peuvent être à l'origine de la réaction alcali-granulat. Le mortier adhérent permet d'envisager différents pré-traitements des granulats recyclés, notamment la carbonatation qui améliore sensiblement la qualité des granulats recyclés.

Les essais de réactivité sur mortier réalisés sur des granulats recyclés de béton de laboratoire et sur des granulats recyclés produits industriellement ont mis en évidence la réactivité de ces derniers et l'impact positif de la carbonatation avec un degré de carbonatation inférieur à 50%. Une baisse d'au moins 30% de la réactivité a pu être atteinte avec la carbonatation des granulats.

Les résultats montrent que la baisse de réactivité semble être dépendante du rapport ciment / granulats des mortiers. L'étude confirme donc l'impact positif de la carbonatation et ouvre la voie vers une méthode d'estimation du degré de carbonatation et de l'absorption d'eau des granulats moins coûteuse en ressources.

Abstract

Concrete aggregate recycling is an opportunity to improve environmental performance of the construction sector. These aggregates reduce the mechanical strength and the durability of the concrete. Alkali-silica reaction can occur in concrete made of recycled concrete aggregate due to the original aggregate in the recycled concrete. The adhered mortar allows different pre-treatment of the recycled aggregate, including carbonation, which significantly improves the quality of recycled aggregate.

The reactivity tests on mortar bar carried out on recycled aggregate obtained by crushing reactive laboratory concrete and industrially produced recycled aggregate. The results show the reactivity each of these aggregate and positive impact of the carbonation process even with a carbonation degree less than 50%. A decrease of 30% of reactivity has been achieved with carbonation.

The results show a dependance between the decrease in reactivity and the cement / aggregate ratio of the mortar bars. Therefore, the study confirms the positive impact of carbonation and paves the way of a, less resource intensive, estimating, method for the carbonation degree and water absorption of the aggregate.

Table des matières

Remerciements I
Résumé II
Abstract II
Table des matières III
Table des tableaux VII
Table des figures IX
Chapitre 1 : Introduction 1
1 Contexte 1
2 Objectifs de recherche 2
3 Structure du travail de fin d'études 2
Chapitre 2 : Etat de l'art 3
1 Déchets de construction et démolition 3
1.1 Impact environnemental du secteur de la construction 3
1.2 Gisement de déchet de construction 3
1.3 Procédés de recyclage du béton 4
1.4 Impacts environnementaux du recyclage du béton en GBR 5
2 Granulats de béton recyclé 6
2.1 Définition et composition 6
2.2 Propriétés des granulats de béton 7
3 Propriétés des bétons de granulats recyclés 10
3.1 Propriétés à l'état frais 11
3.2 Propriétés à l'état durci 13
3.3 Durabilité des bétons de granulats de béton recyclés 15
4 Réaction alcali-granulat 17
4.1 Description du phénomène 17
4.2 Les sources d'alcalins 22
4.3 Effets des granulats de béton recyclés sur la réaction alcali-granulat 24

4.4 Méthodes d'évaluation de la réaction alcali-granulat 27
4.5 Mesures préventives face à la réaction alcali-granulat 29
5 La carbonatation forcée 30
5.1 Description du phénomène 31
5.2 Effets de la carbonatation sur les granulats de béton recyclés 34
5.3 Effets du traitement des granulats sur les propriétés du béton 36
5.4 Effets du traitement des granulats sur la réaction alcali-granulat 37
5.5 Effets environnementaux de la carbonatation 38
5.6 Méthodes d'évaluation de la carbonatation 39
Objectif de recherche 43
Chapitre 3 : Matériaux et Méthode 45
1 Matériaux 45
1.1 Ciment 45
1.2 Granulats naturels 45
1.3 Granulats recyclés 46
1.4 Superplastifiant 47
2 Méthode 47
2.1 Béton de laboratoire 47
2.2 Préparation des gravillons recyclés 50
2.3 Préparation des mortiers 51
2.4 Essais accélérés de réactivité aux alcalins 57
2.5 Interprétation des résultats de l'essai de réactivité aux alcalins 60
2.6 Carbonatation forcée 60
2.7 Absorption d'eau et masse volumique 64
2.8 Teneur en alcalins solubles 66
2.9 Teneur en pâte de ciment 67
Chapitre 4 : Résultats 69
1 Teneur en pâte de ciment 69
2 Teneur en alcalins solubles 70

3 Carbonatation 70
3.1 Essais de carbonatation 70
3.2 Carbonatation sur 11 jours 74
4 Absorption et masse volumique 77
4.1 Granulats naturels 77
4.2 Granulats recyclés 77
5 Broyage 78
6 Essais de gonflement sur mortiers 80
6.1 Essais contrôle 80
6.2 Essais sur les bétons de laboratoire 80
6.3 Essais sur les GBR Eloy 84
6.4 Répétabilité des expériences 85
Chapitre 5: Discussion 87
1 Teneur en pâte de ciment 87
2 Teneur en alcalins solubles 87
3 Carbonatation 88
3.1 Essais de carbonatation 88
3.2 Carbonatation de 11 jours 88
4 Absorption d'eau et masse volumique 92
4.1 Granulats naturels 92
4.2 Granulats recyclés de laboratoire 92
4.3 Granulats recyclés Eloy 92
4.4 Corrélation entre la teneur en pâte de ciment et l'absorption d'eau 92
5 Essais de gonflement 95
5.1 Essais sur les granulats naturels 95
5.2 Essais sur les granulats recyclés 96
Chapitre 6 : Conclusion 101
Bibliographie 104
Annexes 115

Annexe 1 : Ciment CEM I 52,5 N CBR Lixhe 115
Annexe 2 : Fiche techniques des granulats naturels : calcaires du Tournaisis 118
Annexe 3 : Fiche technique superplastifiant RHEOBUILD 1100 con.30% 123
Annexe 4 : Teneurs en pâte de ciment 125
Annexe 5 : Essais de Carbonatation 129
Annexe 6 : Absorptions d'eau et masses volumiques des granulats naturels 130
Annexe 8 : Absorptions d'eau et masses volumiques des GBR 130
Annexe 7 : Essais de gonflement sur mortier 134

Table des tableaux

Tableau 1 Estimation de la part de sables et de granulats recyclés dans la production totale de sables et granulats [20] 4

Tableau 2 Comparaison des avantages et inconvénients des principaux concasseurs [22] 5

Tableau 3 Volume d'impuretés par rapport au volume de granulats provoquant une perte de 15% de la résistance en compression [39] 9

Tableau 4 Classification des constituants des gravillons recyclés d'après NF EN 933-11 [44, 45].10

Tableau 5 Catégories de GBR en fonction de l'absorption d'eau et de la densité sèche [40] 13

Tableau 6 Seuil d'écoulement des gels en silice en fonction de leur composition [72] 19

Tableau 7 Comparaison des méthodes d'essais de la réactivité alcali-granulat [95] 28

Tableau 8 Propriétés des sables de GBR avant et après carbonatation [32] 34

Tableau 9 Propriétés des GBR avant et après carbonatation en fonction des propriétés du béton d'origine [103] 35

Tableau 10 Comparaison des résistances de béton 30 MPa avec et sans carbonatation des granulats [53] 36

Tableau 11 Emissions de GES du béton de GN, de GBR et de GBR carbonatés [108] 39

Tableau 12 Caractéristiques données par le vendeur des différentes fractions du calcaire du Tournaisis 46

Tableau 13 Prescriptions de formulation des bétons selon la norme NF P18-594 47

Tableau 14 Formulation des bétons selon la norme NF P18-594 et formulation des bétons préparés en laboratoire 48

Tableau 15 Caractéristiques des différents bétons utilisés pour produire les GBR 49

Tableau 16 Dimensions des tamis utilisés pour le criblage du sable 52

Tableau 17 Quantité de sables par fraction granulaire adaptée aux tamis disponibles. 52

Tableau 18 Temps de lavage adapté de la procédure de Adams [91] 53

Tableau 19 Composition des mortiers réalisés et adaptés de la norme NF P18-594 54

Tableau 20 Comparaison des quantités d'eau sodée et déminéralisée pour les mortiers de GBR dopés et non dopés. 55

Tableau 21 Nom et caractéristiques des différents mortiers réalisés 59

Tableau 22 Erreurs méthodologiques et réponses à ces erreurs 60
Tableau 23 Caractéristiques des différents essais de carbonatation 61
Tableau 24 Masse minimale de prise d'essai pour les granulats 64
Tableau 25 Masses de prise d'essai de teneur en alcalins des sables 66
Tableau 26 Valeurs de teneurs en PDC des différents granulats 69
Tableau 27 Mesure des teneurs en alcalins solubles des GBR et des granulats naturels 70
Tableau 28 Mesure de prise de masse selon l'équation (10) 74
Tableau 29 Absorption et masse volumique réelle des granulats naturels 77
Tableau 30 Absorption d'eau et masse volumique réelle des granulats recyclés 78
Tableau 31 Granulométrie des granulats recyclés après broyage 78
Tableau 32 Valeurs d'allongement des mortiers des essais contrôle 80
Tableau 33 Allongement et déviation standard des éprouvettes de mortier 85
Tableau 34 Valeurs de degré de carbonatation des GBR 89
Tableau 35 Degré de carbonatation selon l'équation (24) 91
Tableau 36 Absorption de la PDC selon l'équation (22) 94
Tableau 37 Comparaison entre les valeurs déduites de l'équation (26) et celles mesurées selon la EN 1097-6 pour les granulats non carbonatés 95

Table des figures

Figure 1 Répartition habituelle des déchets de déconstruction[19]....3

Figure 2 Composition d'un granulat recyclé[31]. 6

Figure 3 Quantité de mortier adhérent en fonction de la taille des GBR [24]....7

Figure 4 Densité apparente des GBR en fonction de leur teneur en mortier [24]....8

Figure 5 Absorption d'eau des GBR en fonction de leur teneur en mortier adhérent [24]....8

Figure 6 Affaissement en fonction du temps et de l'état de saturation des granulats à 100% de substitution [35]....11

Figure 7 Résistance en compression des bétons de GBR par rapport à la résistance en compression des bétons d'origine suivant les catégories définies par le tableau 5 [40]....13

Figure 8 Profondeur de carbonatation des bétons de GBR en fonction du taux de substitution et de la taille des GBR [60]. 16

Figure 9 Thomas Stanton face à un parapet affecté par un gonflement dû à la réaction alcali-granulat [63]. 17

Figure 10 Gel de silice formé par la réaction avec le calcium entouré de la solution interstitielle [8]. 19

Figure 11 Cinétique de la réaction alcali-granulat en fonction de la température [73]....20

Figure 12 Allongement d'éprouvettes de mortier en fonction de la taille des granulats [75]....21

Figure 13 Effet pessimum décrit par Hobbs [77]....22

Figure 14 Silice solide contenant des alcalins [8]. 23

Figure 15 Concentration en ions hydroxyles dans le béton en fonction de l'âge et des additions au ciment [64]....24

Figure 16 Allongement du béton en fonction du nombre de broyages en comparaison avec le granulat d'origine [88] 25

Figure 17 Allongement mesuré en fonction de l'état de saturation en eau des granulats [92]....26

Figure 18 Profondeur de carbonatation à 7 jours et 50% de CO_2 en fonction de l'humidité relative et de la température [99] 32

Figure 19 Degré de carbonatation en fonction de la taille des GBR [103] 33

Figure 20 Influence de l'addition de cendre volantes sur la profondeur de carbonatation après une carbonatation de 90 jours [104] 33

Figure 21 Profondeur de carbonatation en fonction du rapport eau/ciment et de la porosité du béton [105] 34

Figure 22 Comparaison des effets de GBR carbonatés et non carbonatés en fonction du taux de substitution [54] 36

Figure 23 Effet de la carbonatation des GBR sur la réaction alcali-granulat à l'essai sur éprouvette de mortier [9] 38

Figure 24 Virage de couleur de la phénolphtaléine au contact de la PDC non carbonatée [114] ... 40

Figure 25 Analyse thermogravimétrique comparative entre une PDC carbonatée et une PDC non carbonatée [32] 40

Figure 26 Courbes granulométriques des différentes fractions granulaires du calcaire du Tournaisis 45

Figure 27 Courbe granulométrique des GBR Eloy 46

Figure 28 Courbe d'allongement des bétons 50

Figure 29 Reconstitution de la courbe granulométrique adaptée aux tamis disponibles 52

Figure 30 Principe de prise en compte des alcalins apportés par les GBR 55

Figure 31 Malaxeur avec trois vitesses du laboratoire 56

Figure 32 Moules des éprouvettes prismatiques de mortier 57

Figure 33 Table à choc du laboratoire permettant le serrage du mortier par 60 chocs 57

Figure 34 Disposition des 12 éprouvettes de mortier dans l'autoclave remplie de 9 litres d'eau potable 58

Figure 35 Appareil de mesure de la longueur avec une précision de 0.001 mm. À gauche avec l'étalon de 160mm en invar et à droite avec une éprouvette de mortier identifiée 58

Figure 36 Schéma de principe de l'incubateur 61

Figure 37 Incubateurs gauche et droit utilisés pour la carbonatation 62

Figure 38 A gauche, pycnomètre vidé de tout air occlus, à droite, dispositif de séchage des sables 65

Figure 39 Retrait du moule tronconique indiquant l'état SSS du sable 65

Figure 40 Essai à la phénolphtaléine des GBR Eloy avant carbonatation 70

Figure 41 Essais à la phénolphtaléine sur les GBR Eloy après essai de carbonatation 71

Figure 42 suivi de masse de l'essai de carbonatation des GBR-ELOY à 3% de teneur en CO_2 et 22° C 71

Figure 43 Essai à la phénolphtaléine sur des GBR-T après carbonatation à 3% de CO_2 et 22° C.. 72

Figure 44 Suivi de masse de l'essai de carbonatation des GBR-T à 3% de teneur en CO_2 et 22° C 72
Figure 45 Essai à la phénolphtaléine sur des GBR-T après carbonatation à 3% de CO_2 et 39° C.. 73
Figure 46 Suivi de masse de l'essai de carbonatation des GBR-T à 3% de teneur en CO_2 et 39° C 73
Figure 47 Essai à la phénolphtaléine sur les granulats carbonatés 74
Figure 48 Courbe ATG des GBR-T-D-RN, GBR-T-D-C et GBR-T-ND-C 75
Figure 49 Courbe ATG des GBR zoomée sur la zone de décomposition de la portlandite 75
Figure 50 Courbe DTG des GBR-T-D-RN, GBR-T-D-RN-C et GBR-T-ND-RN-C 76
Figure 51 DTG des GBR zoomée sur la zone de décomposition de la portlandite 76
Figure 52 Allongement des mortier T, T* et T** compilés 80
Figure 53 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RA 81
Figure 54 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN-C, GBR-T-D-RN-C et GBR-T-D-RA-C 81
Figure 55 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN et GBR-T-ND-RN-C 82
Figure 56 Allongement des mortiers, T, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RN-C 82
Figure 57 Allongement des mortiers, T, GBR-T-D-RA et GBR-T-D-RA-C 83
Figure 58 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN et GBR-T-ND-RN-L 83
Figure 59 Allongement des mortiers, GBR-ELOY et GBR-ELOY-C 84
Figure 60 Comparaison du degré de carbonatation entre la teneur en PDC et la prise de masse pour les GBR-T-ND-RN, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RA 91
Figure 61 Corrélation entre la teneur en PDC et l'absorption d'eau des sables recyclés mesurés lors de cette étude 93
Figure 62 Diminution d'allongement entre GBR non carbonatés et GBR carbonatés 98

Chapitre 1 : Introduction

1 Contexte

L'ONU prévoit une augmentation de 26% de la population mondiale et une urbanisation intensive entre 2019 et 2050, en particulier dans les pays à faibles et moyens revenus [1, 2].

Le secteur de la construction sera donc encore longtemps sollicité. Or, celui-ci est de plus en plus contraint à réduire son impact environnemental et climatique. En ligne de mire, le béton, le matériau de construction le plus courant sur la planète, grand émetteur de CO_2 et de déchets, et grand consommateur de ressources naturelles [3–5].

Pour répondre à cette demande et aux enjeux climatiques, les propriétés des bétons de granulats de béton recyclés ont été largement étudiées pour exploiter l'important gisement de granulats de béton recyclés et préserver les ressources naturelles [3, 5].

Leurs propriétés à l'état frais et à l'état durci sont aujourd'hui bien connues, mais leur durabilité fait encore l'objet de nombreuses recherches [6]. En particulier, le gonflement de ces bétons lors de réaction alcali-granulat est exacerbé et peut nuire à la durabilité des ouvrages en béton de granulats de béton recyclés si les conditions environnementales et la formulation des bétons ne sont pas correctement contrôlées [7].

La réaction alcali-granulat est bien comprise aujourd'hui et de nombreuses façons de la contrôler sont mises en œuvre dans les bétons de granulats naturels [8]. La réaction alcali-granulat peut être contrôlée par la suppression des granulats réactifs, l'utilisation de ciments à faibles teneurs en alcalins ou par des additions au ciment telles que les fumées de silice ou le métakaolin. Néanmoins, il apparaît que ces méthodes sont moins efficaces sur les bétons de granulats de béton recyclés [9].

Une approche récente de limitation du gonflement dû à la réaction alcali-granulat est le prétraitement des granulats recyclés par la carbonatation [9]. Cette méthode semble non seulement efficace pour la réduction de la réaction mais participe aussi à l'amélioration des qualités des granulats recyclés et du béton produit à partir de ceux-ci [5, 10, 11].

La carbonatation ayant déjà fait ses preuves dans l'amélioration des qualités des granulats, cette méthode peut d'une part promouvoir l'utilisation de granulats de béton recyclés et permettre de limiter la quantité de granulats naturels utilisés. D'autres part, la carbonatation permet le stockage à long terme du CO_2 dans le béton et donc d'améliorer le bilan carbone du recyclage du béton [12, 13].

2 Objectifs de recherche

Au vu de la baisse de durabilité due à la réaction alcali-granulat induite par l'utilisation de granulats recyclés et des avantages fournis par la carbonatation de ces granulats, trois terrains de recherche sont à étudier :

Premièrement, il est intéressant de comprendre l'effet de la carbonatation des granulats de béton recyclés sur leur réactivité à différents états d'avancement de la réaction alcali-granulat dans le béton d'origine avec lesquels ces granulats sont produits.

Deuxièmement, nous pourrons étudier l'impact de la position des alcalins dans les éprouvettes de mortier en utilisant des granulats recyclés dont la pâte de ciment est sur-alcalinisé. La sur-alcalinisation des bétons d'origine permet de localiser les alcalins directement dans le mortier adhérent des granulats recyclés.

Troisièmement, des essais seront réalisés sur des granulats de béton recyclés produits industriellement afin de mettre en évidence le problème de la réactivité des granulats de béton recyclés, leur potentiel de carbonatation et l'impact de celle-ci sur la réactivité des granulats.

3 Structure du travail de fin d'études

Tout d'abord, ce travail passe en revue la littérature scientifique existante sur les propriétés des granulats de béton recyclés et les bétons de granulats de béton recyclés, ainsi que la compréhension des mécanismes de la réaction alcali-granulat et l'implication des granulats de béton recyclés dans cette réaction. Les mécanismes de la carbonatation, les conditions de son optimisation et ses effets sur les granulats de béton recyclés et les bétons de granulats de béton recyclés seront étudiés dans cette revue de la littérature scientifique, avec un point d'attention sur ses effets vis-à-vis de la réaction alcali-granulat.

Puis, une étude expérimentale des effets de la carbonatation sur la réactivité des granulats de béton recyclés à la réaction alcali-granulat sera menée par des essais sur mortier selon les objectifs de recherche donnés précédemment.

Enfin, une analyse des résultats expérimentaux, une discussion sur leur implication et les axes de travail pour les études futures seront présentés.

Chapitre 2 : Etat de l'art

1 Déchets de construction et démolition

1.1 Impact environnemental du secteur de la construction

En 2019, les activités humaines mondiales ont émis 52 gigatonnes d'équivalent CO_2 (CO_{2eq}). 8,7% de ces émissions sont dues au secteur de la construction, dont 4% à la seule production de ciment, ce qui place le secteur de la construction comme troisième émetteur de gaz à effet de serre (GES). De plus, la croissance des émissions de CO_{2eq} de la production de ciment a été de 5,1% pour l'année 2019, ce qui n'indique pas une tendance positive pour le secteur [14–16].

Le secteur de la construction n'a pas pour seul impact environnemental l'émission de GES, mais impacte aussi la production de déchets. En 2018, l'UE-28 a produit 2,337 millions de tonnes (Mt) de déchets. 35,9 % d'entre eux sont issus du seul secteur de la construction, soit 838 Mt de déchets, dont 797 Mt sont des déchets minéraux [4].

En France en 2014, le BTP a généré 227,5 Mt de déchets, incluant les activités de construction, de démolition et de terrassement. 8,4% de ces déchets sont du béton, 3 Mt sont des déchets dangereux et 0,75Mt contiennent de l'amiante [17]. Selon la directive européenne relative aux déchets, le taux de déchets inertes valorisés devra atteindre 70% en 2020 [18]. En 2014, le taux de valorisation des déchets de béton était de 57% bien que la majeure partie de cette valorisation soit du remblaiement [17].

1.2 Gisement de déchet de construction

Les 227,5Mt de déchets de construction, de démolition et de terrassement produits en France en 2014 sont constitués de nombreux matériaux différents. La figure 1 montre la répartition habituelle des déchets pour la seule activité de déconstruction :

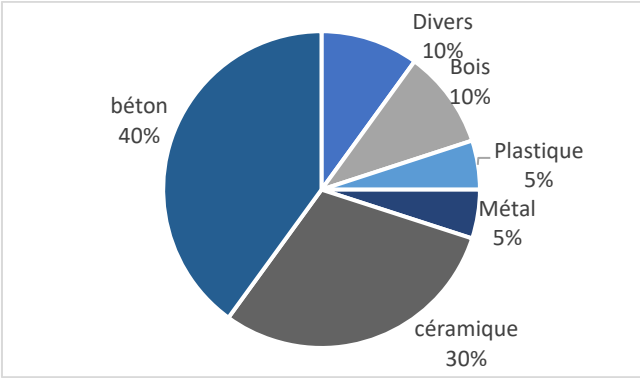


Figure 1 Répartition habituelle des déchets de déconstruction[19].

Le béton représente la majeure partie des déchets de déconstruction minéraux. En 2019 dans l'UE-28, la part des granulats recyclés parmi l'ensemble des granulats produits est de 9,7%, soit 273 Mt. En particulier en France, 67 Mt de sable et granulats (S&G) sont produits par le recyclage [20].

Unité géographique	Production totale (Mt)	Sables et granulats recyclés (Mt)	Pourcentage de sables et granulats recyclés par rapport à la production totale
UE 28	2826	273	9,7 %
France	399	67	16,7 %
Belgique	75	22	29,3 %

Tableau 1 Estimation de la part de sables et de granulats recyclés dans la production totale de sables et granulats [20]

Bien que la production de G&S recyclés soit importante, son usage est souvent réservé à du remblaiement et des sous-couches de chaussées [21]. Alors qu'en 2014, la France a produit 18 Mt de béton de déconstruction, seule 1Mt a effectivement été recyclée en granulats de béton recyclés (GBR) destinés à être utilisés dans un nouveau béton[5, 17].

Ces données montrent que l'usage des GBR comme substituts aux granulats naturels est encore à développer, même au niveau européen.

1.3 Procédés de recyclage du béton

Le recyclage du béton est une opération en trois étapes : la démolition de l'édifice, le broyage et le criblage. La démolition est effectuée à l'aide d'engins de démolition afin de réduire la taille des gros éléments et permettre leur transport. En général, ces engins sont équipés de façon à pouvoir séparer les fers à béton du béton armé [21].

L'opération de broyage consiste à réduire la taille des matériaux recyclés afin d'atteindre la taille de grain désirée. Cette étape peut être réalisée sur site ou en centre de recyclage. Le broyage en centre permet en général d'atteindre une meilleure qualité de granulats grâce à des chaines de broyage et de tri plus développées. Le broyage sur site présente tout de même un intérêt car dans les sections suivantes, nous verrons que la distance de transport des GBR est le facteur déterminant des émissions de GES de leur cycle de vie [22, 23].

Cette opération se réalise généralement avec trois types de machines : le concasseur à percussion, le concasseur à mâchoires et le concasseur à cône.

Le béton est fait de granulat, de sable et de ciment, ce qui en fait un matériau hétérogène. De ce fait, le broyage de ces éléments fait apparaitre les différentes phases du béton dans les GBR. On distingue généralement deux phases : les granulats naturels (GN) d'origine et le mortier

adhérent [5, 24]. Les propriétés des GBR sont fortement influencées par la qualité du mortier adhérent et sa quantité (cf. partie 2) [24].

D'après Akbarnezhad, effectuer un broyage du béton à une dimension proche de la taille des plus gros gravillons du béton d'origine permet d'atteindre une quantité de mortier adhérent minimale [25]. Le tableau 2 résume les avantages et inconvénients de chaque concasseur [22].

Type de concasseur	Avantages	Inconvénients
Percussion	• Facteur de réduction des granulats important • Produit des granulats avec une bonne résistance et une bonne géométrie	• Produit plus de fines • Forte variation de taille de granulat à la sortie du concasseur
Mâchoires	• Accepte de grandes pièces de béton en entrée • Produit des granulats avec de faibles variations de taille	• Produit des granulats avec une résistance moindre et une géométrie plus allongée et aplatie
Cône	• Produit peu de fines • Produit des granulats avec de faibles variations de taille • Bon compromis entre le facteur de réduction et la production de fines • Econome en énergie	• Produit des granulats avec une résistance moindre et une géométrie moins bonne

Tableau 2 Comparaison des avantages et inconvénients des principaux concasseurs [22]

Après l'étape de broyage, les matériaux recyclés sont nettoyés par séparation des différents matériaux tels que les métaux ferreux à l'aide d'aimants et les métaux non ferreux à l'aide de courants de Foucault. Les matériaux comme le bois, le papier et les plastiques sont quant à eux soit retirés à la main, soit séparés avec l'air ou l'eau suivant la taille des éléments [22, 26].

1.4 Impacts environnementaux du recyclage du béton en GBR

L'impact environnemental du recyclage des GBR est étudié selon le principe de l'analyse en cycle de vie (ACV). L'ACV est une méthode normalisée par les normes ISO 14040, ISO 14044 ou encore la NF EN 15804, qui permet de détailler l'impact environnemental d'un produit pendant sa phase de production, d'utilisation, de traitement en fin de vie et de son recyclage ou sa mise au rebut [27].

La moindre qualité des GBR implique un dosage en ciment des bétons de GBR plus important pour atteindre une résistance égale, ce qui implique un impact négatif sur le plan environnemental. De plus, l'impact sur les émissions de GES de la substitution des GN par des GBR, est fortement dépendant des distances de transport des GN et des GBR [5, 23, 28].

Idir et Ben Fraj ont réalisé une analyse en cycle de vie de granulats recyclés sur une étude de cas à Paris. Leur étude a montré d'une part l'impact positif sur la réduction des déchets par la production de GBR : une limite de 50 km de distance de transport pour les GN a été mise en évidence. Au-delà de cette limite la substitution des GN par des GBR a un impact positif. En outre, ils ont montré que plus les GBR sont de bonne qualité, plus l'impact sur la réduction des émissions de GES est positif [28].

L'ACV réalisée par le Projet RECYBETON a permis de montrer que l'optimisation de la formulation du béton à l'aide de superplastifiant permet de réaliser un béton de GBR, à résistance égale, avec des émissions de GES équivalentes à celles d'un béton de GN, pour une même distance de transport des granulats [5].

Ding a montré que la substitution des GN par des GBR permet la réduction de l'utilisation des GN de 21% à 43,8% de leur poids, avec un taux de substitution compris entre 50% et 100%, permettant donc la préservation des ressources de granulats naturels [29].

La section 5.4 étudie l'impact environnemental de la substitution de GN par des GBR carbonatés.

2 Granulats de béton recyclés

2.1 Définition et composition

Les GBR proviennent de la démolition d'ouvrages en béton. De ce fait, ils peuvent provenir d'un grand nombre de bétons aux propriétés différentes, menant à des GBR aux propriétés différentes [5]. En outre, le béton est un matériau hétérogène, composé du GN d'origine, du mortier adhérent à ces granulats et du mortier séparé des GN comme le montre la figure 2 [5, 9, 21, 24, 30].

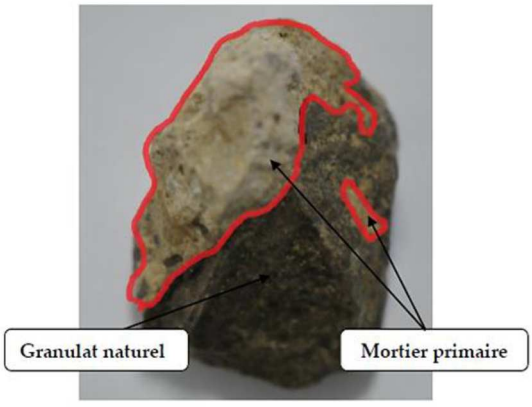


Figure 2 Composition d'un granulat recyclé[31].

Les GBR sont généralement constitués de 30 à 75% de granulats d'origine et de 25 à 70% de mortier adhérent après un premier broyage [32]. On observe d'une part que le mortier adhérent occupe une place plus importante dans les fractions granulaires les plus fines et d'autre part, que

la quantité de mortier adhérent est minimale pour un concassage à la dimension la plus proche des plus gros granulats du béton d'origine [25]. La figure 3 montre la répartition typique du mortier en fonction de la dimension des grains des GBR :

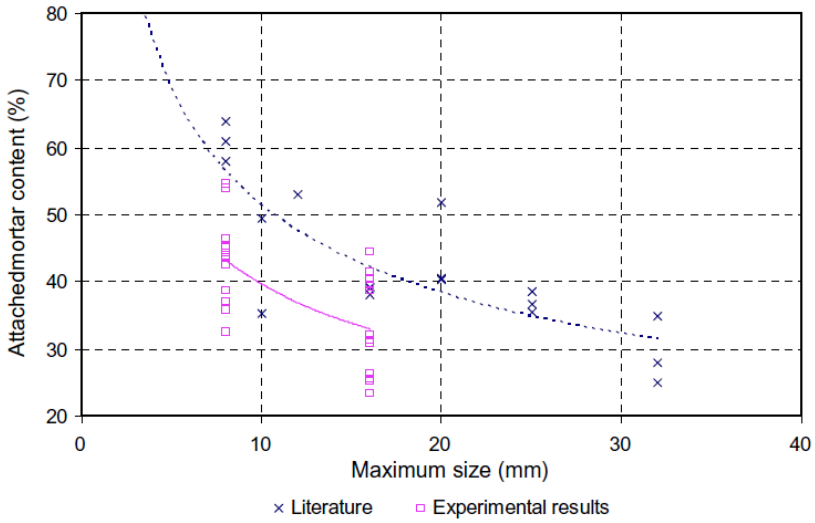


Figure 3 Quantité de mortier adhérent en fonction de la taille des GBR [24].

D'après Nagataki, le broyage brise les granulats suivant les chemins les moins résistants et a donc tendance à séparer le mortier adhérent du GN car le chemin le moins résistant traverse généralement la zone de transition interfaciale (ZTI) entre le mortier et le GN [33]. Le broyage des bétons possédant une bonne qualité mécanique produit des GBR avec une plus grande part de mortier adhérent car ils possèdent un mortier adhérent de meilleur qualité [34].

Les propriétés des GBR sont dépendantes des propriétés des granulats d'origine et du mortier. Le mortier adhérent est considéré comme le constituant faible des GBR. De ce fait, la qualité et les propriétés des GBR dépendent fortement de la part de mortier adhérent dans les GBR [5].

2.2 Propriétés des granulats de béton

2.2.1 Masse volumique

Généralement, la masse volumique réelle des GN se situe entre 2500 et 2800 kg/m^3 [21, 35]. La masse volumique réelle des GBR est généralement plus faible, avec des valeurs comprises entre 2100 et 2500 kg/m^3 [21, 24, 33, 34, 36–39].

Plus la quantité de mortier adhérent est importante, plus la masse volumique des GBR est faible [24]. Comme les sables recyclés contiennent plus de mortier adhérent ou non adhérent que les GBR, leur masse volumique est plus faible [39, 40]. Silva a mesuré une masse volumique réelle de 2,065 tonnes/m^3 pour les sables recyclés et 2,327 tonnes/m^3 pour les GBR [40]. La figure 4 montre la correlation entre la densité et la quantité de mortier adhérent dans les GBR :

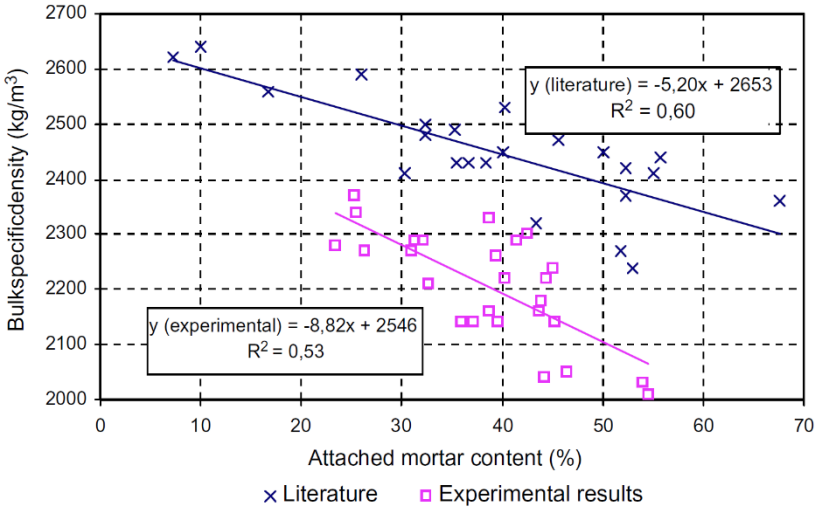


Figure 4 Densité apparente des GBR en fonction de leur teneur en mortier [24].

Padmini a montré que la masse volumique réelle des GBR diminue avec l'augmentation de la résistance à la compression du béton d'origine. Ce phénomène s'explique par l'augmentation de la quantité de mortier adhérent avec l'augmentation de la qualité de ce dernier [34].

2.2.2 Absorption d'eau et porosité

Généralement, l'absorption d'eau des GBR est plus élevée que celle des GN. Elle est suitée entre 0% et 2% pour des GN [21, 35, 40]. Tandis que celle des GBR est située entre 2% et 10% [21, 35, 36, 38, 41]. Cette hausse d'absorption s'explique par le mortier adhérent qui compose les GBR [9, 40]. La figure 5 montre la correlation entre l'absorption d'eau et la quantité de mortier adhérent dans les GBR :

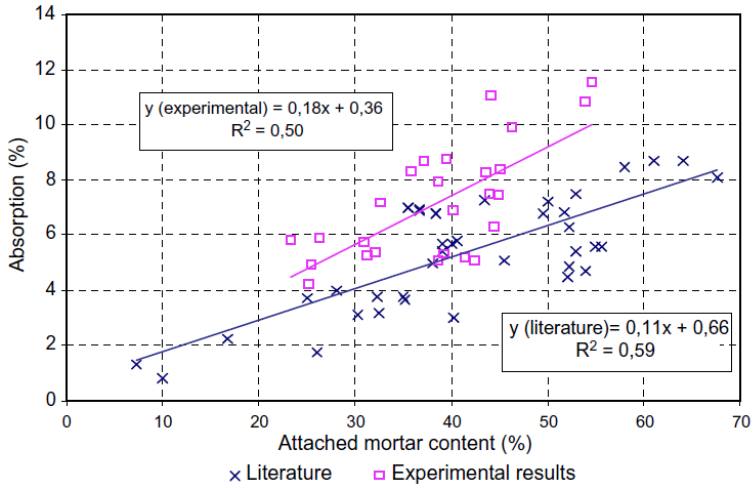


Figure 5 Absorption d'eau des GBR en fonction de leur teneur en mortier adhérent [24].

Pour un même béton d'origine, plus la fraction étudiée est fine, plus l'absorption augmente. Gomez-Soberon a mesuré les absorptions de différentes fractions granulaires d'un même béton

d'origine : les fractions 10-20, 5-10, 0-5 ont respectivement des absorptions de 5,83%, 6,81% et 8,16% [38].

Zhao a étudié l'absorption d'eau des sables recyclés et a montré que plus la fraction granulaire est fine, plus l'absorption augmente, y compris entre les fractions 0-0,63mm et 2,5-5mm, avec un impact important de la part 0-0,63 qui contient le plus de mortier [42].

Sur une même fraction granulaire, un GBR broyé plusieurs fois aura une absorption plus faible que celui broyé une seule fois. Celle-ci peut passer de 8% au premier broyage à une absorption de 4% au troisième broyage supplémentaire pour des granulats d'une taille comprise entre 5 et 10mm. En passant plusieurs fois dans le broyeur, le mortier est progressivement retiré du granulat d'origine, ce qui améliore les propriétés du GBR [5, 43].

De même, sur une même fraction granulaire, une meilleure résistance en compression du béton d'origine, induit une absorption d'eau des GBR plus importante à cause de la qualité de la bonne qualité de la ZTI et du mortier qui sont plus adhérents aux GN [34].

La hausse de l'absorption d'eau des GBR est expliquée par la plus grande porosité du mortier adhérent dans le granulat. La porosité des GBR est généralement comprise entre 10 et 14% et est plus importante pour les fractions fines des GBR [11, 42].

Connaître l'absorption d'eau des GBR et leur état de saturation au moment du gâchage est important pour la formulation du béton, car celle-ci influe sur la quantité d'eau de gâchage à incorporer et sur la cinétique de prise du béton [5].

2.2.3 Impuretés

Les impuretés des GBR peuvent être séparées en deux grandes familles :

1. Les matériaux étrangers solides, parmi lesquels on retrouve le bois, la brique, le papier, les matières plastiques, les métaux, …
2. Les espèces chimiques qui sont à la surface des GBR ou dans les pores du mortier adhérent, parmi lesquels on retrouve les chlorures, les alcalins, les sulfates, …

Les matériaux de la première catégorie impactent la durabilité du béton, comme ses propriétés mécaniques instantanées. Le tableau 3 présente la part en volume d'une impureté qui provoque une baisse de 15% de la résistance en compression du béton [39] :

Impuretés	Plâtre	Terre	Bois	Gypse	Asphalte	Peinture vinylique
Part en volume des granulats	7 %	5 %	4 %	3 %	2 %	0,2 %

Tableau 3 Volume d'impuretés par rapport au volume de granulats provoquant une perte de 15% de la résistance en compression [39]

La norme NF EN 933-11 classe les différents éléments solides retrouvés dans les GBR afin de mesurer leur hétérogénéité selon le tableau 4 :

Rc	Béton, produits à base de béton, mortier et éléments de maçonnerie en béton
Ru	Graves, pierres naturelles, granulats traités aux liants hydrauliques
Rb	Eléments de terre cuite, maçonnerie en silicate de calcium, béton cellulaire non flottant
Ra	Matériaux bitumineux
Rg	Verre
X	Autres : argiles, sols, métaux, plastiques et caoutchouc non flottant
FL	Éléments flottants

Tableau 4 Classification des constituants des gravillons recyclés d'après NF EN 933-11 [44, 45].

D'après la norme NF EN 206/CN :2014, les granulats de béton recyclés doivent contenir entre 90% et 95% d'éléments issus de béton, moins de 10% de briques et 1% de matériaux bitumineux [46, 47]

Les espèces chimiques de la seconde catégorie posent avant tout des problèmes de durabilité du béton. Par exemple, si les chlorures et les sulfates entrent en contact avec les armatures du béton armé, ils peuvent mener à une corrosion accélérée de ces dernières. De même, les alcalins peuvent accroître la réaction alcali-granulat (cf. section 5) [9, 21, 37, 39].

Comme les GBR sont issus d'anciens bétons, les espèces ioniques qui sont dans les pores du mortier sont variables et dépendent autant des constituants originaux du béton que de son exposition pendant son usage ou pendant la période de stockage des GBR [21, 36, 39, 48].

D'après la norme NF P18-545: 2011, la teneur maximale en sulfates solubles dans l'eau est de 0,2% du poids des granulats. Enfin, les GBR doivent être considérés comme potentiellement réactifs vis-à-vis de l'alcali-réaction tant que leur non-réactivité n'a pas été démontrée [46, 49].

3 Propriétés des bétons de granulats recyclés

Comme nous l'avons vu, les GBR ont des propriétés différentes des GN. Dans cette section sera étudié l'impact de la substitution des GN par des GBR sur les propriétés des bétons. En effet les GBR ont notamment un impact sur l'ouvrabilité [5, 21, 35, 36, 39], le retrait [5, 21, 39, 50–52], la résistance à la compression [5, 21, 33, 34, 36, 40, 53], le module d'élasticité [5, 21, 34, 54], la durabilité du béton [5, 9, 11, 21, 36, 53], …

Il est important de noter que dans la section suivante, il sera étudié l'effet « le plus probable » de la substitution des GBR sur les propriétés du béton, mais dans le cas où un GN de

mauvaise qualité est substitué par un GBR de bonne ou très bonne qualité, alors les propriétés du béton seront améliorées par la substitution [5, 33].

3.1 Propriétés à l'état frais

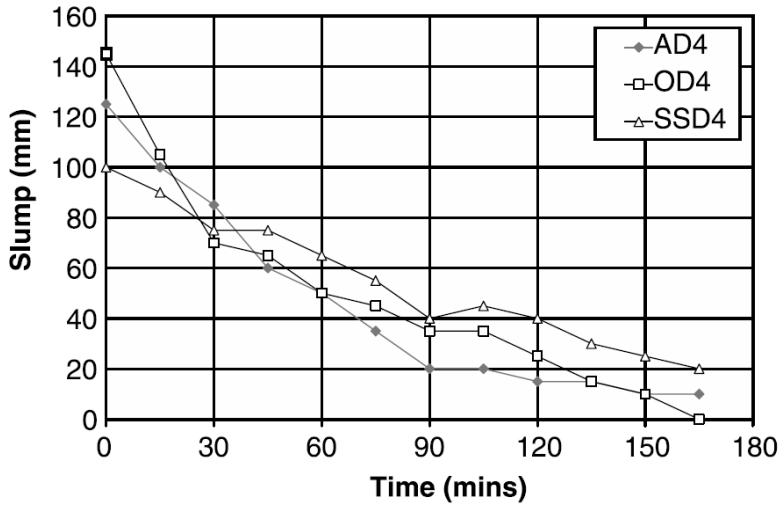
3.1.1 Ouvrabilité

Les premières études sur l'ouvrabilité des bétons de GBR ont conclu que l'utilisation de GBR induit une prise plus rapide de ces bétons mais que leur vibration permet tout de même de les mettre en place. En effet sans prendre en compte l'absorption d'eau de ces granulats, leur ouvrabilité diminue car les granulats absorbent l'eau de gâchage.

Ces études ont aussi conclu que la substitution des GN par des GBR a un effet limité si la quantité d'eau de gâchage est augmentée afin de compenser l'absorption d'eau des GBR. Les recommandations de ces articles sont d'augmenter la masse d'eau de 5% pour une substitution des gravillons uniquement et de 15% pour une substitution des gravillons et du sable [36, 39].

Poon a largement étudié les effets, sur l'ouvrabilité des bétons, de la substitution de gravillons naturels par des gravillons recyclés en faisant varier l'état de saturation en eau de ces gravillons. Les bétons sont tous préparés avec un rapport eau libre / ciment identique. L'auteur constate d'une part que pour un même état de saturation des GBR, plus le taux de substitution augmente, plus l'affaissement initial augmente, et plus l'affaissement à 120 minutes est grand [35].

D'autre part, l'auteur prépare les bétons AD4, OD4 et SSD4, dont les granulats sont respectivement : séchés en étuve, à l'air libre et à l'état saturé surface sèche (SSS). La figure 6 montre l'évolution de l'affaissement de ce béton au cours du temps.



(d) 100% recycled aggregate

Figure 6 Affaissement en fonction du temps et de l'état de saturation des granulats à 100% de substitution [35].

Comme les GBR ont une absorption d'eau plus grande, leur état de saturation avant gâchage modifie le comportement à l'état frais du béton :

- Plus les GBR sont humides avant gâchage, plus l'affaissement initial est proche du béton de GN et plus l'affaissement à 150 minutes est élevé. Ceci est dû au relargage de l'eau depuis les granulats humides vers le mortier frais, qui permet au béton de GBR de garder une ouvrabilité élevée dans le temps [35].
- Plus les GBR sont secs avant le gâchage du béton, plus l'affaissement initial est élevé, et plus l'affaissement à 150 minutes est faible, car l'eau de gâchage est introduite en excès pour compenser l'absorption des GBR puis ceux-ci absorbent l'eau et diminuent l'affaissement à 150 minutes [35].

La substitution par des sable recyclés diminue significativement l'ouvrabilité. Les auteurs du projet RECYBETON recommandent de ne pas dépasser un taux de substitution de 30% [5].

3.1.2 Retrait

Il existe plusieurs types de retraits :

- Le retrait plastique, qui se développe dans la pâte de ciment (PDC) fraîche par dépression capillaire lorsque la vitesse d'évaporation de l'eau en surface dépasse la vitesse de ressuage ;
- Le retrait chimique, issu de la perte de volume par l'hydratation du ciment ;
- Le retrait de dessiccation, qui se développe à l'évaporation de l'eau libre dans les pores du béton durci ;
- Le retrait endogène, qui provient d'une diminution de l'humidité relative interne ;
- Le retrait thermique, issu de la baisse de température du béton après hydratation [55].

Selon le taux de substitution, le retrait total des bétons de GBR est augmenté de 0 à 60% pour un taux de substitution de 0% à 100% [5, 21, 39, 52]. Même avec un taux de substitution très faible de 15%, le retrait peut être augmenté de 24% [52].

L'augmentation du taux de substitution augmente le retrait de séchage et le retrait endogène car les bétons de GBR sont gâchés avec une plus grande quantité de ciment. Le retrait dans les bétons de GBR est avant tout influencé par l'augmentation du contenu en eau et en mortier de ces bétons, ce sont donc les retraits plastique, de dessication et endogène qui sont impactés négativement [5, 56].

Suivant l'état de pré-saturation en eau des GBR, un relargage d'eau peut se produire, créer un phénomène de cure interne et faire baisser le retrait endogène. L'augmentation du retrait des bétons de GBR peut être compensé par l'utilisation de plastifiants-réducteurs d'eau [50].

Fathifazl a proposé d'utiliser la méthode de gâchage du volume de mortier équivalent pour l'élaboration des bétons de GBR. Les résultats ont montré un retrait comparable à ceux d'un béton de GN avec un taux de substitution de 74,3% [51].

3.2 Propriétés à l'état durci

3.2.1 Résistance à la compression

Généralement, les bétons de GBR, élaborés de la même façon que les bétons de GN et une substitution en volume des GN, ont une résistance à la compression, à la traction et à la flexion plus faible. Pour la résistance en compression, la diminution se situe entre 0% et 75% par rapport au béton d'origine [36, 38, 56].

Silva a réalisé une étude compilant 119 articles dédiés à la résistance à la compression des bétons de GBR. L'étude a mis en évidence quatre catégories de GBR suivant leur absorption d'eau et leur densité sèche suivant le tableau 5 [40] :

Catégorie de granulats	A	B	C	D
Absorption d'eau	0 % à 4 %	4 % à 8 %	8 % à 15 %	15 % et plus
Densité sèche	2,4 t/m^3 et plus	2,1 à 2,4 t/m^3	1,8 à 2,1 t/m^3	1,8 t/m^3 et moins

Tableau 5 Catégories de GBR en fonction de l'absorption d'eau et de la densité sèche [40]

La classification permet de mettre en lien la densité sèche et l'absorption d'eau des granulats, afin d'en déduire la quantité de mortier adhérent. Celui-ci étant la partie faible des GBR, ces catégories mettent en évidence la qualité des granulats [40].

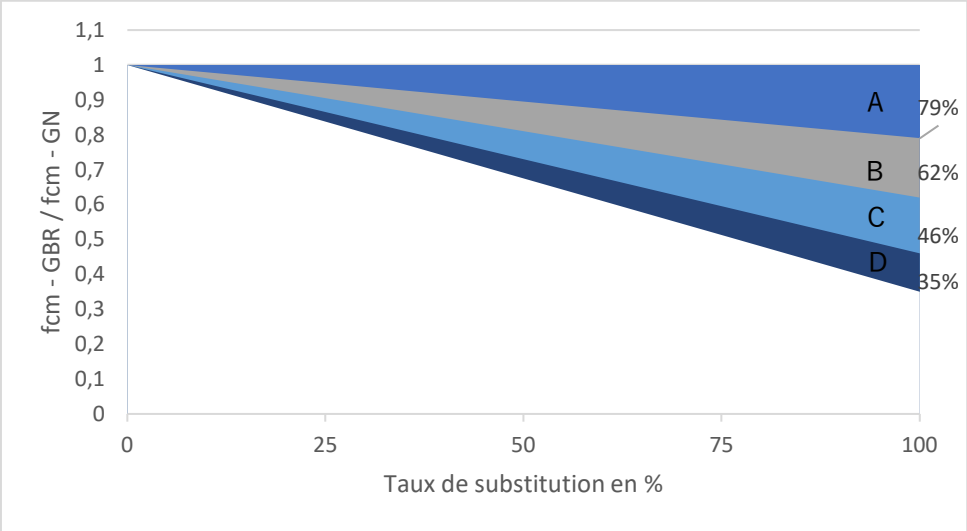


Figure 7 Résistance en compression des bétons de GBR par rapport à la résistance en compression des bétons d'origine suivant les catégories définies par le tableau 5 [40].

La figure 7 montre la corrélation entre les catégories de qualité des GBR énoncé par Silva et la baisse de résistance en compression des bétons de GBR réalisés avec ces granulats. On observe que plus les GBR ont une densité élevée et une absorption faible, plus il est possible de produire un béton de GBR ayant une résistance à la compression proche du béton de GN [5, 40].

On observe par ailleurs que plus le taux de substitution augmente, plus la résistance en compression du béton de GBR diminue [38, 40]. Thomas n'a toutefois pas mesuré de différence significative pour un taux de substitution de 20% [57]. La substitution des sables de GN par des sables de GBR a un effet d'autant plus délétère que ces fractions granulaires contiennent une plus grande part de mortier [5].

Padmini a étudié l'influence de la résistance en compression des bétons d'origine sur les propriétés des bétons de GBR. Il ressort de cette étude que plus le béton d'origine a une bonne qualité, plus le béton de GBR a une bonne résistance à la compression [34].

Pour obtenir un béton de GBR ayant la même résistance à la compression que le béton, des études proposent une diminution du rapport eau/ciment [34, 56, 57]. Une baisse du rapport eau/ciment de 0.05 a été déterminé par Thomas [57].

Poon a étudié la résistance à la compression des bétons de GBR en fonction du degré de saturation en eau des granulats. L'étude a mis en évidence que les GBR laissés à l'air libre et séché en étuve ont donné la meilleure résistance à la compression, tandis que les GBR à l'état SSS ont une résistance bien inférieure. Les auteurs ont attribué cela à la qualité de la ZTI. L'utilisation des GBR à l'état SSS induit un relargage d'eau dans la ZTI et donc un rapport eau/ciment localement plus élevé, ce qui diminue la qualité de la ZTI, tandis que les états séchés à l'air et au four permettent à l'eau de gâchage d'entrer dans les GBR et aux particules de ciment de s'accumuler autour de ces GBR, créant une ZTI plus dense [35].

3.2.2 Module d'élasticité et déformations

La substitution de GN par des GBR entraine une baisse du module de Young. Gomez-Soberon a constaté une baisse du module de Young de 6% et 18,5% pour un taux de substitution de respectivement 15% et 100%. La différence s'explique par la hausse de la teneur en mortier dans les bétons de GBR [38].

Thomas a montré que plus le rapport eau/ciment augmente, plus le module de Young diminue dans les bétons de GBR, avec une forte disparité des résultats pour un taux de substitution de 100% [57].

Padmini a montré que la baisse de module d'élasticité est plus importante si les granulats utilisés sont plus fins. L'auteur attribue cette baisse à la porosité des granulats et donc à la quantité de mortier adhérent au GBR [34].

Les résultats du projet RECYBETON ont montré que pour une même classe de résistance, plus le taux de substitution augmente, plus le module de Young diminue, ceci est attribué au plus faible module de Young des GBR et à la hausse de la teneur en PDC dans le béton [5].

Cette même étude a montré que les déformations ultimes au pic de résistance à la compression augmentent de 0% à 16,2% entre 0% et 100% de taux de substitution [5].

3.2.3 Densité porosité et absorption d'eau

Du fait de la plus faible densité des GBR par rapport aux GN, les bétons de GBR ont une densité réelle plus faible que les bétons de GN. Usuellement, la densité des bétons de GN est de 2500 kg/m^3 et celle des bétons de GBR est entre 2000 et 2200 kg/m^3. La densité des bétons de GBR diminue avec l'augmentation du taux de substitution [21, 56, 57].

La porosité des bétons de GBR est plus grande que celle des bétons de GN et augmente avec le taux de substitution [38, 39, 57]. Elle augmente aussi avec l'augmentation du rapport eau/ciment [38, 39]. Gomez-Soberon mesure une porosité de 15% pour un béton produit avec un taux de substitution de 100%, 90 jours après le gâchage, ce qui représente une augmentation de 32% de la porosité par rapport au béton de GN [38].

Xuan a mesuré une absorption d'eau du béton passant de 5% à 9% entre 0 à 100% de taux de substitution [58].

3.3 Durabilité des bétons de granulats de béton recyclés

La durabilité des bétons de GBR est plus faible que celle des bétons de GN. En cause, la porosité des GBR qui a été étudié dans la section précédente. Celle-ci influe sur les propriétés de transport du béton et augmente la perméabilité à l'eau, aux chlores, aux sulfates… Le risque de corrosion des armatures est donc accru [5, 9]. Les bétons de GBR peuvent aussi être exposés plus fortement à la réaction alcali-granulat, qui sera étudiée dans la prochaine section.

3.3.1 Résistance à l'action du gel et du dégel

Les essais montrent une résistance au gel-dégel égale ou plus faible des bétons de GBR comparativement aux bétons de GN. Une étude de 1976 a montré que la perte de masse du béton de GBR est cinq fois supérieure à celle d'un béton de GN [36].

Les résultats de RECYBETON ont montré qu'il est possible de formuler un béton de GBR résistant aux cycles de gel-dégel en respectant les normes de dosage et en testant la résistance des granulats avant gâchage [5].

Gokce a montré qu'un GBR produit à partir d'un béton résistant au gel aura un impact positif sur la résistance à l'action du gel et du dégel. Toutefois, cet impact est sensible uniquement si la totalité des granulats provient d'un béton d'origine formulé avec un entraîneur d'air [59].

3.3.2 Résistance à la carbonatation et à la diffusion du chlore

Les nouveaux bétons forment un milieu alcalin au pH généralement supérieur à 12,5, ce qui forme une couche de protection contre la corrosion autour des armatures. Lorsque le pH diminue, les armatures sont dépassivées et la corrosion de ces dernières débute [5, 21].

La carbonatation et la diffusion du chlore dans le béton sont les deux principales causes de dépassivation des armatures. Selon l'étude de Silva, la profondeur de carbonatation dépend

linéairement du taux de substitution, mais aussi de la taille des GBR comme le montre la figure 8. Pour un remplacement des GN par des gravillons recyclés, la profondeur de carbonatation est multipliée par 2,5 alors que la substitution du sable naturel par du sable recyclé entraine une multiplication de cette profondeur par 8,7 [60].

Après un essai de carbonatation sur un béton de GBR armé, de la rouille a été retrouvée sur les armatures couvertes de 2 à 3 cm d'enrobage seulement deux mois après l'essai [39].

Il est toutefois possible d'obtenir un béton résistant à la carbonatation en réduisant le rapport eau/ciment grâce à l'utilisation d'un plastifiant réducteur d'eau. Il est également possible de réduire la profondeur de carbonatation en procédant à plusieurs broyages des GBR afin de réduire la teneur en mortier adhérent [5, 60].

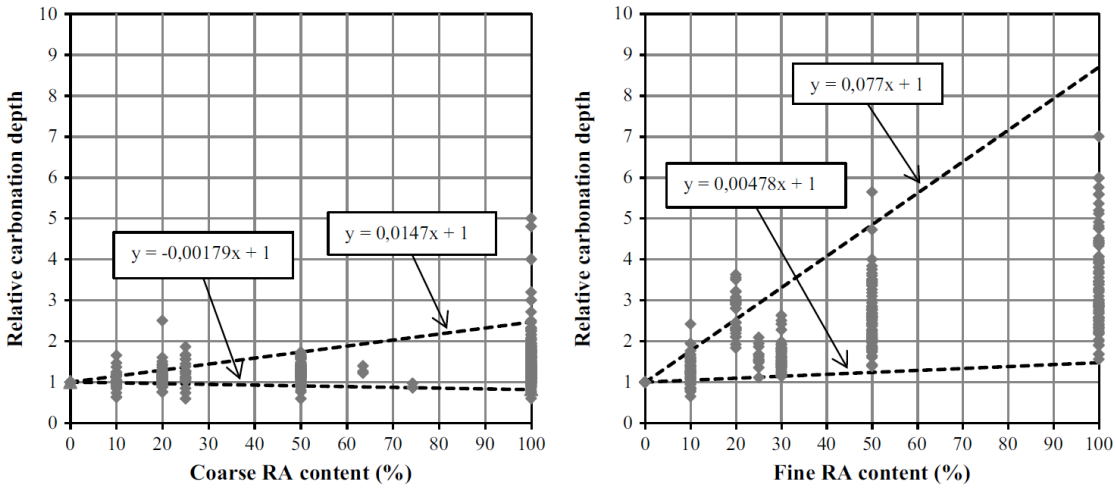


Figure 8 Profondeur de carbonatation des bétons de GBR en fonction du taux de substitution et de la taille des GBR [60].

La diffusion des ions chlorures dans les pores du béton est l'autre principale cause de la dépassivation des armatures. Le comportement des bétons de GBR vis-à-vis de la diffusion du chlore est similaire à celui vis-à-vis de la carbonatation [5, 61]. Les résultats RECYBETON montrent que pour un taux de substitution de 30%, on constate une augmentation du coefficient de diffusion du chlore entre 10% et 21% [5]. Ils observent aussi que pour un taux de substitution de 100% des granulats, le coefficient de diffusion des ions chlorures du béton de GBR et égal à celui du béton de GN de la classe de résistance inférieure.

Xiao a montré que plus le taux de substitution augmente, plus la profondeur de pénétration des ions chlorures augmente et plus la concentration en ions est forte à une même profondeur [61].

Pour le même rapport eau libre/ciment, la diffusion du chlore augmente linéairement avec l'augmentation du taux de substitution [5, 39]. Comme pour la carbonatation, la substitution du sable induit un impact négatif plus important [5].

De plus, le risque de corrosion des armatures est d'autant plus important que les pores du mortier adhérent peuvent contenir une grande quantité d'ions chlorures. Cette présence d'ions chlorures peu notamment provenir de l'exposition du béton d'origine à des sels de déverglaçage.

En particulier, les infrastructures routières en béton sont fortement exposées aux sels de déverglaçage. Hansen rapporte que sur une dalle de parking de 27,5 cm d'épaisseur, la teneur en ions chlorures mesurée sur la face supérieure de la dalle peut atteindre 12 kg/m^3 à cause de son exposition aux sels de déverglaçage tandis que cette teneur en sous-face de la dalle est de seulement 1,3 kg/m^3 car elle est moins exposée à ces sels [39].

4 Réaction alcali-granulat

La réaction alcali-granulat est un sujet majeur de durabilité des bétons et des bétons de GBR. Elle affecte des structures exposées en extérieur, réduit leur durée de vie et mène à des coûts de maintenance plus élevés voir à la ruine de l'ouvrage. Ce chapitre, en deux parties, est consacré à la réaction alcali-granulat et son implication dans le cadre de l'utilisation de GBR. Ce chapitre est rédigé à l'aide des travaux d'état de l'art de Rajabipour, Adams, Fournier et Peng [8, 9, 21, 62].

4.1 Description du phénomène

La réaction alcali-granulat a été rapportée pour la première fois par Thomas Stanton comme une réaction expansive entre certains granulats et un ciment avec une teneur en alcalins suffisante lorsque que ce béton est exposé à une humidité environnante élevé [7].

4.1.1 Définition et conditions nécessaire à la réaction

Cette réaction est un problème majeur de durabilité des bétons. Elle se produit entre les alcalins et les granulats et forme un gel de silice visqueux et expansif. L'expansion crée une pression interne dans le gel, qui, si elle dépasse la résistance à la traction du béton, provoque une fissuration de ce dernier tel que l'illustre la figure 9. Cette fissuration expose ensuite le béton et ses armatures à de multiples agressions environnementales et diminue sa durabilité [8, 21, 62].

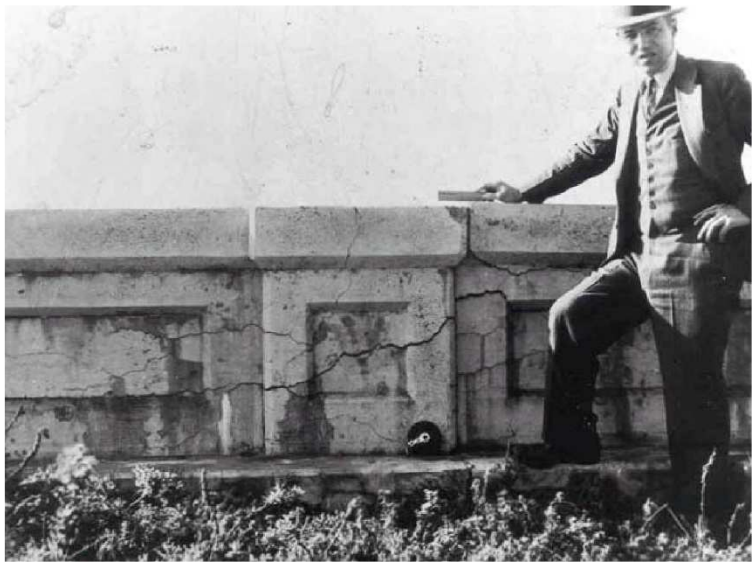


Figure 9 Thomas Stanton face à un parapet affecté par un gonflement dû à la réaction alcali-granulat [63].

Pour se produire, la réaction a besoin que quatre conditions soient réunies :

- Une teneur en alcalins suffisante dans la solution des pores du béton ;
- Un béton préparé avec des granulats ou sables réactifs ;
- La présence de portlandite dans le béton ;
- Une humidité relative d'au moins 80% [8, 21, 62].

4.1.2 Réactions chimiques

La réaction débute par la dissolution du réseau cristallin de silice selon l'équation (1) où « ≡ » représente trois liaisons avec des atomes d'oxygène :

$$(\equiv Si - OH)_s + 3(OH^-)_{aq} \leftrightarrow (Si(OH)_4)_{aq} \quad (1)$$

La silice n'est pas attaquée directement par les alcalins Na^+ et K^+ mais leur présence est essentielle car elle induit une forte concentration en ions hydroxyles dans la solution des pores du béton. Les alcalins jouent toutefois un rôle essentiel dans la formation du gel de silice [64].

La partie droite de l'équation est équilibrée en charges par les trois groupes $Si\text{-}O^-$ qui ne sont pas représentés dans l'équation. La dissolution s'effectue à un rythme différent suivant le degré d'altération de la silice des granulats qui s'exprime par le nombre de la liaison (≡SI-O-SI≡) altéré par hydrolyse. Dans le cas où la silice des granulats n'est pas altérée, la réaction est très lente [8, 65–67].

La solubilité de l'acide orthosilicique est toutefois faible dans l'eau. Les molécules $H_3SiO_4^-$ et $H_2SiO_4^{2-}$ sont quant à elles beaucoup plus solubles et se forment par ionisation suivant les équations (2a) et (2b). Elles permettent à la silice de se dissoudre dans l'eau en plus grande quantité et leur solubilité dans l'eau augmente avec le pH [8].

$$(Si(OH)_4)_{aq} \leftrightarrow (H_3SiO_4{}^-)_{aq} + H^+ \quad (2a)$$

$$(Si(OH)_4)_{aq} \leftrightarrow \left(H_2SiO_4{}^{2-}\right)_{aq} + 2H^+ \quad (2b)$$

Dans le même temps, avec un pH élevé, la réaction (3) ionise l'acide orthosilicique [8]:

$$(Si(OH)_4)_{aq} + Na^+{}_{aq} \leftrightarrow ((HO)_3 \equiv Si - O^- \dots Na)_{aq} + H^+ \quad (3)$$

Les réactions (2a) (2b) et (3) montrent que le pH de la solution des pores du béton devrait rapidement diminuer et la dissolution de la silice devrait rapidement s'arrêter à la surface des granulats réactifs. Ce sont les réaction (4a) et (4b) qui provoquent le recyclage des alcalins dans la solution et un apport en ions hydroxyles [8] :

$$2((HO)_3 \equiv Si - O^- \dots Na)_{aq} + Ca^{2+} \leftrightarrow 2Na^+ + ((HO)_3 \equiv Si - O \dots Ca \dots O - Si \equiv (HO)_3)_{sol} \quad (4a)$$

$$Ca(OH)_2 \leftrightarrow Ca^{2+} + 2OH^- \quad (4b)$$

La réaction (4a) précipite les ions silicates et les ions calcium formant un gel de silice nano-colloïdal représenté sur la figure 10 [68]. Sans portlandite, aucun ion Ca^{2+} est libéré dans la solution et la silice reste en phase aqueuse dans la solution des pores du béton [64, 69]. Chatterji a montré qu'en l'absence de portlandite dans le béton, les essais sur mortier ne présentent aucun gonflement dû à la réaction alcali-granulat [70].

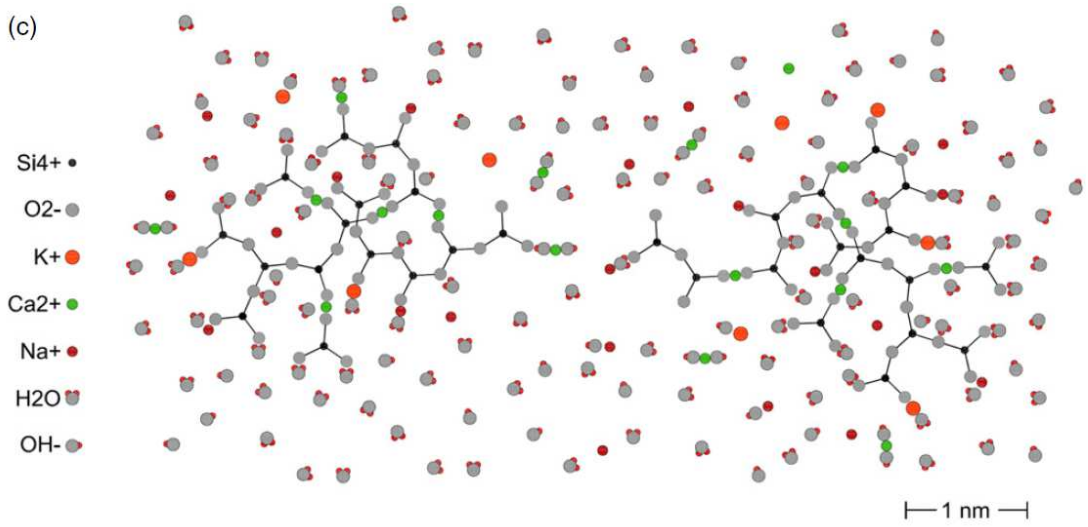


Figure 10 Gel de silice formé par la réaction avec le calcium entouré de la solution interstitielle [8].

Les ions Ca^{2+} pourraient être à l'origine d'une barrière de C-S-H autour du gel de silice, jouant un rôle important dans le gonflement de ce gel. La barrière limite la diffusion de la silice vers la solution interstitielle et laisse les alcalins et les ions hydroxyles pénétrer dans le gel et accélérer d'avantage la réaction [8, 68, 71]. De plus, le déséquilibre ionique entre le gel et la solution des pores du béton provoque un transfert d'eau vers le gel de silice et donc son gonflement [8].

Le gel de silice est un liquide visqueux, qui, au cours de son expansion, induit des contraintes de traction dans le béton. La rhéologie des gels de silices dépend de leur composition : le plus haut seuil d'écoulement est obtenu avec des rapports Ca/Si et Na/Si élevé. Gholizadeh Vayghan a mesuré des seuils d'écoulement allant de 0,34 MPa à 5,07 MPa en fonction des rapports Ca/Si et Na/Si le tableau 6 résume ses résultats [72].

Gels de silice	Rapport Ca/Si	Rapport Na/Si	Seuil d'écoulement (MPA)
C-N-	0,05	0,2	0,91
C+N-	0,20	0,2	0,61
C-N+	0,05	0,8	0,34
C+N+	0,20	0,8	5,07

Tableau 6 Seuil d'écoulement des gels en silice en fonction de leur composition [72]

4.1.3 *Impact des conditions environnementales*

La température joue un rôle déterminant sur la réaction alcali-granulat. L'augmentation de la température augmente considérablement la vitesse de dissolution de la silice. Globalement, tous les dix degrés, la vitesse de dissolution est doublée [67].

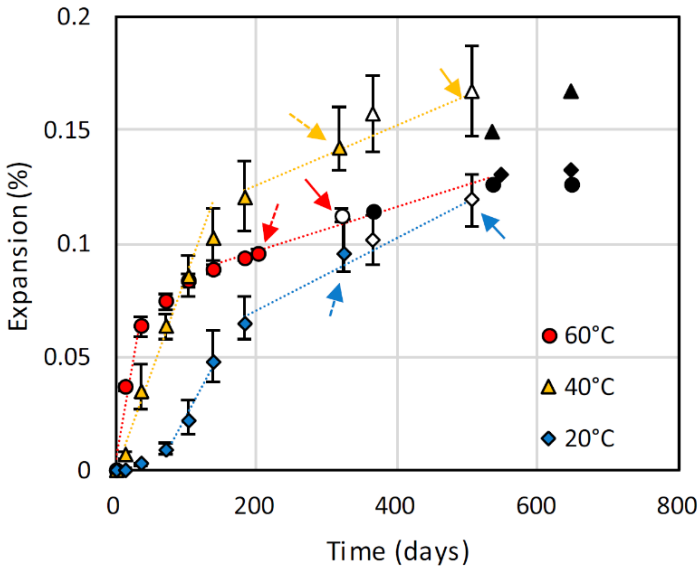


Figure 11 Cinétique de la réaction alcali-granulat en fonction de la température [73].

La figure 11 montre que la hausse de la température entraine une augmentation de la vitesse de la réaction mais que la hausse de la température provoque une baisse de l'allongement maximal [71, 73].

L'eau est essentielle à la réaction comme le montrent les équations (1) à (4). La valeur minimale de 80% d'humidité relative est souvent retenue pour obtenir un allongement délétère pour le béton [21, 71, 74]. Toutefois, la réaction peut se produire à des humidités relatives plus faibles si la température ambiante est plus élevée. Poyet mesure un allongement du béton à une humidité de 59% et une température de 60° C [74]. L'humidité relative extérieure n'est toutefois pas un bon indicateur de risque pour les éléments de béton massif car ceux-ci peuvent subir des gonflements délétères même en conditions arides. L'humidité interne nécessaire à la réaction peut en effet provenir de l'eau de gâchage du béton [62].

4.1.4 *Impact de la taille des granulats*

En général, pour un même granulat, plus la taille des grains est faible, plus l'expansion causée par la réaction alcali-granulat est grande comme le montre la figure 12. Cet effet s'explique par la plus grande surface spécifique des granulats qui expose une plus grande partie de sa silice réactive à la solution des pores du béton [8, 68, 75].

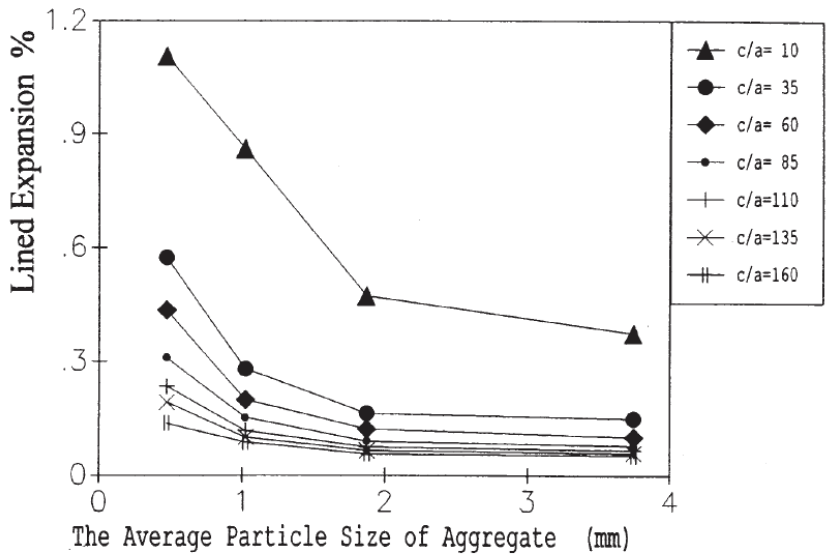


Figure 12 Allongement d'éprouvettes de mortier en fonction de la taille des granulats [75].

Cet effet n'est toutefois pas constaté avec l'ensemble des granulats, Poyet a montré que l'utilisation de calcaire siliceux de la fraction 0,08 – 0,16 mm produit un allongement de 0,01% sur des éprouvettes de mortier tandis que la fraction 2,5-3,15mm produit un allongement de 0,16% [76]. Les auteurs parlent d'une dimension pessimum en lien avec l'effet pessimum dont il est question dans le paragraphe suivant [8].

4.1.5 Effet pessimum

Dans certaines conditions, des granulats réactifs produisent un allongement plus important avec une concentration en alcalins plus faible ou une quantité de granulats réactif plus faible, alors qu'ils ont été déterminés comme non réactif avec une concentration en alcalins très élevée ou des quantités de granulats réactif importante. Cet effet est appelé effet pessimum [21].

La figure 13 montre l'allongement produit par la réaction alcali-granulat en fonction de la quantité de silice réactive introduite dans le mélange du béton. Le graphique se découpe en 4 sections nommée A, B, C et D en fonction du comportement expansif de la réaction.

D'après Hobbs :

- Dans la zone A, la quantité d'alcalins est beaucoup trop importante et la réaction est très lente, ne produisant pas de fissuration ;
- Dans la Zone B, les alcalins sont en excès mais la réaction produit des fissures sur le béton ;
- Dans la zone C, la silice est en excès et la réaction produit une fissuration ;
- Dans la zone D, l'excès de silice limite la réaction et ne produit plus de fissuration [77].

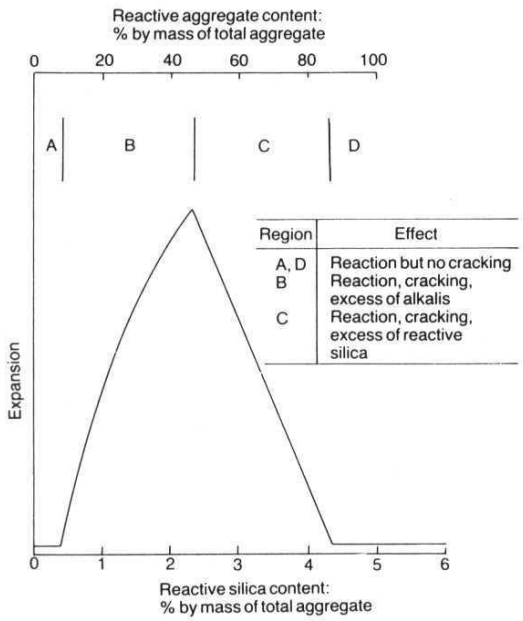


Figure 13 Effet pessimum décrit par Hobbs [77].

A l'interface entre la Zone B et la Zone C, on constate le maximum d'allongement dû à la réaction alcali-granulat.

Dans son modèle, Ichikawa explique l'effet pessimum par la consommation de la portlandite ou par la consommation des alcalins :

- Si la quantité d'alcalins n'est pas déterminante, alors l'augmentation de la quantité de silice dissoute augmente la consommation de portlandite dans les pores du béton, ce qui augmente l'expansion du béton. Lorsqu'il y a une grande quantité de silice réactive dans les pores du béton pour consommer la portlandite, alors l'augmentation de la quantité de silice dissoute mène à la rupture de la barrière de C-S-H nécessaire à l'expansion du gel ;
- Si la quantité d'alcalins est déterminante, alors il existe un seuil au-delà duquel la quantité d'alcalins par particule de silice n'est plus suffisante et la silice dissoute consomme tous les alcalins, faisant baisser le pH et ainsi limitant l'expansion du béton [78].

4.2 Les sources d'alcalins

Les alcalins sont présents en faibles quantités dans le ciment avant hydratation, mais ils sont hautement solubles et dominent la solution des pores du béton après hydratation. Cette solution devient alors très riche en Na OH et K OH, l'hydratation du ciment étant la principale source d'alcalins dans les pores du béton [64].

Les alcalins peuvent être libérés par les granulats eux-mêmes [8, 62]. L'équation (1) montre que l'attaque des liaisons des groupes silanol par les ions hydroxyles altère la structure cristalline de la silice et laisse des groupes $(\equiv Si - O^-)_s$ à la surface de la silice. Ces groupes peuvent former des liaisons avec des ions Na^+ K^+ ou Ca^{2+} comme le montre la figure 14.

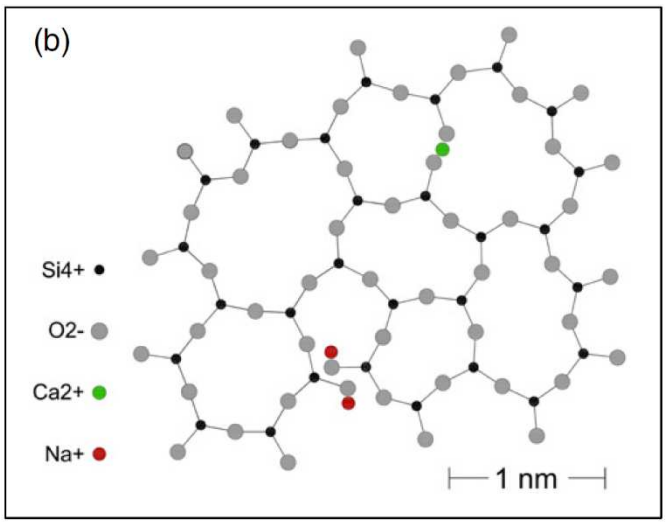


Figure 14 Silice solide contenant des alcalins [8].

Shafaatian a utilisé des granulats de verre recyclés, de composition courante (SiO_2 > 70%, Na_2O ~ 13% et CaO ~ 11%) et a attribué la forte hausse de pH dans les pores du mortier à la libération d' alcalins par la dissolution de la silice selon l'équation (5) [79].

$$\equiv Si - O - Na + H_2O \leftrightarrow \equiv Si - OH + Na^+ + OH^- \qquad (5)$$

Les granulats marins peuvent aussi apporter des alcalins s'ils ne sont pas correctement lavés. La quantité d'alcalins apporté par ces granulats est plus importante pour les parties fines que pour les parties grossières [62].

L'eau de gâchage peut aussi être une source d'alcalins dans le béton. L'eau de mer contient 5% de NaCl [80]. Le gâchage du béton augmente son expansion dû à la réaction alcali-granulat [81]. Les essais NF P18-594, NF P18-454, ASTM C 1260 et ASTM C 1567 ajoutent de la soude (NaOH) dans l'eau de gâchage afin d'apporter une plus grande quantité d'alcalins aux bétons et mortiers et d'accélérer la réaction alcali-granulat [82–85].

Les adjuvants incorporés au béton, tels que les superplastifiants, peuvent influencer la quantité d'alcalins disponibles pour la réaction alcali-granulat. L'ajout de superplastifiant peut augmenter la concentration des ions hydroxyles dans la solution des pores du mortier par rapport à un mortier de référence produit sans superplastifiant. L'auteur a constaté cette augmentation avec un superplastifiant à base de naphtalène. En comparaison, le superplastifiant à base de carboxylate a produit une augmentation de la concentration en ions hydroxyles négligeable. L'auteur recommande d'utiliser un superplastifiant dont la teneur en alcalins est connue [86].

Les additions au ciment peuvent contenir des quantités importantes d'alcalins solubles, supérieure à 6% en masse pour les cendres volantes. Toutefois, la cinétique de dissolution de ces alcalins dans la solution des pores du béton est très variable. Des bétons réalisés avec de telles additions et des granulats réactifs ont été réalisé et n'ont pas montré d'expansion avant 2 ans de stockage [8]. Les études de Thomas ont montré toutefois que les additions pouzzolaniques font

baisser la concentration en ions hydroxyles dans les pores de la PDC, des mortiers et des bétons, comme le montre la figure 15 [64]:

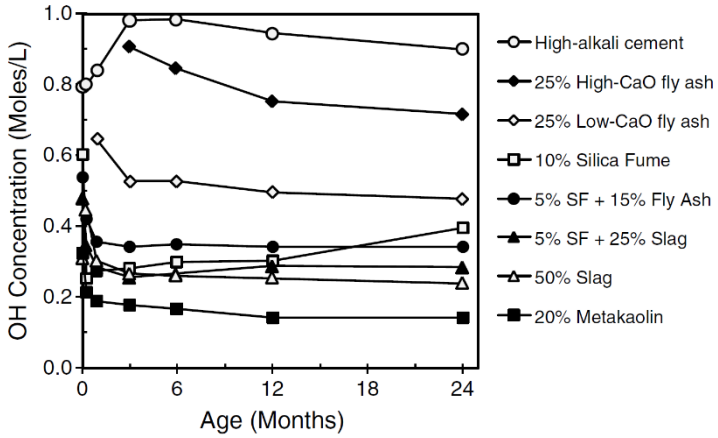


Figure 15 Concentration en ions hydroxyles dans le béton en fonction de l'âge et des additions au ciment [64].

Cet effet des additions pouzzolaniques s'explique par la plus forte concentration en C-S-H dans le béton, qui forme un gel absorbant les alcalins. Ce gel ne provoque toutefois pas de gonflement : la taille des grains de ces additions forme de nombreux sites contenant peu de réactifs ne menant pas à une expansion du gel formé [64].

Enfin, les alcalins peuvent provenir de sources extérieures au béton après mise en place [8, 64]. Les sels de déverglaçage sont mis en cause, notamment l'acétate de potassium qui a été à l'origine de l'accélération de réactions alcali-granulat sur des ouvrages d'art [8].

4.3 Effets des granulats de béton recyclés sur la réaction alcali-granulat

L'incorporation de granulats recyclés dans le béton peut provoquer de nombreux problème vis-à-vis de la réaction alcali-granulat car il est difficile de contrôler les différentes sources de béton de ces granulats et la réactivité des granulats d'origine qui les constituent [87].

La réactivité des GBR dépend de la réactivité des granulats naturels utilisés dans le béton d'origine. D'une part, plus la réactivité du granulat d'origine est importante, plus la réactivité du GBR réalisé à partir du béton contenant ces granulats réactifs sera importante. D'autre part, les granulats naturels faiblement réactifs produiront des GBR faiblement réactifs [9].

Les granulats recyclés sont composés de 25 à 75% de mortier adhérent poreux qui peut contenir différentes espèces chimiques, en particulier des alcalins. Ceux-ci peuvent provenir du béton d'origine, de sels de déverglaçage ou de gel de silice déjà préexistant dans le béton d'origine. [9, 21, 48]

La partie fine des GBR libère plus d'alcalins dans la solution des pores du béton. Le projet RECYBETON a mesuré la teneur moyenne en alcalins solubles des GBR à 185 mg/kg Na_2O_{eq} pour des gravillons recyclés et 452 mg/kg Na_2O_{eq} pour des sables recyclés [5].

Ces alcalins viennent s'ajouter à ceux présent dans la solution des pores du béton et participent à l'expansion due à la réaction alcali-granulat. Lorsque des granulats naturels réactifs sont remplacés par des GBR issus de béton préparé avec ces mêmes granulats naturels réactifs, on peut constater une expansion similaire, inférieure ou supérieure à celle mesurée sur les éprouvettes de béton préparé avec les granulats naturels réactifs. En effet, les alcalins apportés par le mortier adhérent peuvent augmenter l'expansion due à la réaction alcali-granulat. Ce dernier peut aussi remplacer les granulats naturels réactifs et ainsi réduire l'expansion [9, 21, 88].

L'effet du mortier sur l'expansion des GBR a été mis en évidence par Etxeberria en recyclant un béton de laboratoire contenant des granulats non réactifs et un sable réactif, gâchés avec un ciment à forte teneurs en alcalins. Il a été mis en évidence que suivant la composition du mortier, celui-ci peut influencer le comportement réactif ou non réactif des GBR [89].

Johnson et Shehata ont montré qu'un lavage important des granulats mène à une baisse de leur réactivité. Les auteurs ont attribué cette baisse de gonflement à la lixiviation des alcalins contenu dans les pores du mortier adhérent des GBR [90].

Afin de mieux connaitre la réactivité potentielle des granulats lors des essais sur mortier, Adams a proposé une méthode de lavage des granulats permettant d'éliminer une grande partie de fines tout en limitant la lixiviation des alcalins et la dégradation du mortier adhérent induit par le lavage [91].

Cette expansion par les GBR peut aussi s'expliquer par le processus de broyage des granulats. Si les granulats du béton d'origine ont déjà réagi, le broyage des GBR expose des nouvelles faces des granulats d'origine, et expose donc de la silice réactive à la solution des pores du béton [9, 21, 87]. On remarque sur la figure 16 que l'allongement du béton testé par Shehata augmente avec le nombre de broyage, car le broyage expose de nouvelle face du granulat d'origine augmentant sa réactivité [21, 88].

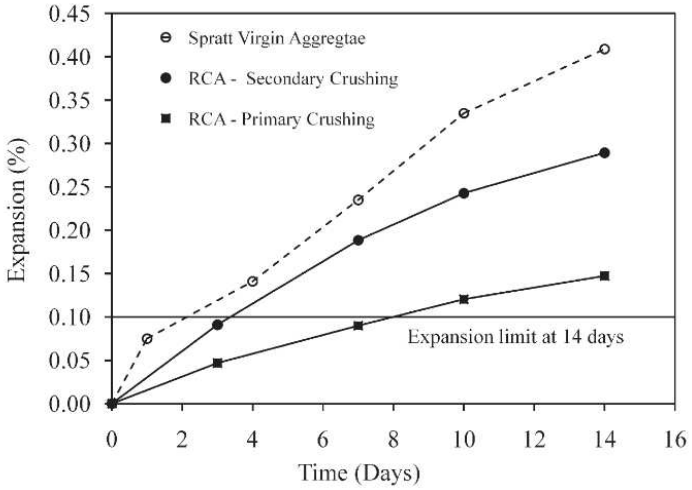


Figure 16 Allongement du béton en fonction du nombre de broyages en comparaison avec le granulat d'origine [88]

Par ailleurs, un béton ayant déjà subi une réaction alcali-granulat peut produire des GBR non réactif à cause de la consommation de toute la silice réactive avant sa démolition [9]. A l'inverse, un béton n'ayant jamais montré de signe de gonflement par réaction alcali-granulat peut montrer une expansion délétère après broyage à cause de l'exposition de nouvelles faces des granulats naturels réactifs [21].

Pour le même béton d'origine, l'expansion peut être négligeable pour la partie grossière des granulats à l'essai sur béton et être très réactive pour la partie fine à l'essais sur mortier [21].

On peut toutefois tirer deux conclusions : la réactivité du béton de GBR augmente lorsque la réactivité des GN d'origine du béton augmente et la réactivité du béton de GBR ne peut être déduite de la réactivité passée du béton d'origine [9, 21, 87, 91].

Delobel a réalisé une étude sur l'influence de l'état de saturation en eau des GBR avant gâchage sur l'allongement des béton dû à la réaction alcali-granulat. L'auteur utilise trois protocoles dont les allongements sont visible sur la figure 17 :

1. Les granulats sont séchés à l'étuve et leur absorption d'eau n'est pas prise en compte ;
2. Les granulats sont séchés à l'étuve et leur absorption d'eau prise en compte dans l'eau de gâchage ;
3. Les granulats sont pré-saturés à 105% de leur absorption d'eau.

Cette étude montre que l'utilisation de GBR séché à l'étuve mène à un allongement plus important du béton, à cause, d'une part, de l'eau de gâchage fortement alcaline qui entre dans les pores du mortier adhérent, et d'autre part à un rapport eau libre/ciment plus faible laissant peu de place au gel de silice pour s'étendre dans les pores du mortier. L'utilisation de GBR à l'état saturé produit une PDC avec un rapport eau/ciment plus élevé, moins résistante, et produit donc un allongement plus important [92].

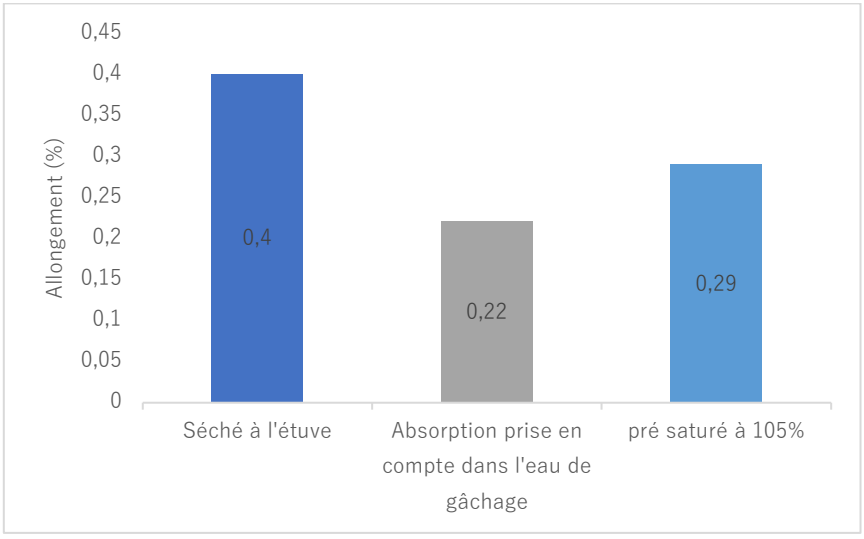


Figure 17 Allongement mesuré en fonction de l'état de saturation en eau des granulats [92]

Les mesures de prévention face à la réaction alcali-granulat, notamment par les additions au ciment, semblent être moins efficaces sur les bétons de GBR que sur les bétons de GN (cf section 4.5) [21, 93].

4.4 Méthodes d'évaluation de la réaction alcali-granulat

Il existe quatre manières d'évaluer la réaction alcali-granulat des bétons : les essais sur granulats par pétrographiques et de dosage de la silice soluble, les essais sur formulation de béton, les essais de réactivité sur mortier et les essais de suivi sur béton en place [94, 95].

Les essais pétrographiques consistent en la production d'une fine épaisseur de granulats, de sable ou de béton afin de réaliser une observation au microscope. Ces essais permettent de déterminer les espèces minérales présentes dans les granulats et d'en déduire leur réactivité ainsi que la vitesse de réaction associée à ces espèces minérales.

En prélevant un échantillon dans un béton en place ou dans un béton de laboratoire, les essais pétrographiques permettent de déterminer l'état d'avancement de la réaction ou la réactivité des granulats [94].

Les essais des dosages de la silice soluble permettent de définir la réactivité des granulats en fonction de la quantité de silice et la vitesse de libération de la silice par attaque à la soude.

Il existe une grande variété d'essais non destructifs sur le béton en place, de l'inspection visuelle à la vibration de corde en passant par l'étude des fissures à l'échelle macroscopique ou microscopique, ou encore l'extensométrie [94]. Ces différentes méthodes ne seront pas étudiées dans ce travail de fin d'études.

Les essais destructifs sur béton en place consistent à prélever une ou plusieurs éprouvette(s) cylindrique(s) dans la structure, puis à évaluer le degré d'avancement de la réaction alcali-granulat dans les bétons en place notamment par l'essais de raideur. Celui-ci consiste à mesurer l'énergie dissipée par le béton au cours de cycles de charge/décharge par compression [94]. Les éprouvettes prélevés sur béton en place peuvent aussi être placée dans un environnement accélérant la réaction suivant le même principe que les essais accélérés sur béton.

Les essais accélérés sur béton permettent de tester différentes formulations. Ces essais contrôlent la teneur en alcalins et la température. La durée des essais est généralement fixée entre 1 et 2 ans suivant les normes. La mesure se fait non seulement sur l'allongement des éprouvettes mais aussi sur l'augmentation de leur masse. Ces normes permettent un suivi de la réaction au cours du temps [9, 84, 85].

Les essais accélérés sur mortier sont les plus utilisés. Ils permettent de connaître rapidement la réactivité des granulats mais ne permettent pas de tester la réactivité d'une formulation. Les essais sur mortier consistent en la préparation d'éprouvettes avec une teneur en alcalins importante apportée par de la soude ou de la potasse. Les éprouvettes de mortier sont en général conservées quelques jours dans de l'eau potable ou dans une solution alcaline. La longueur

des éprouvettes est mesurée avant l'essai. Les éprouvettes sont ensuite conservées entre 5 heures et 14 jours dans une solution à température élevée pour accélérer la réaction. Enfin, la longueur des éprouvettes est mesurée après l'essai. La réactivité des granulats est déterminée en fonction de l'allongement des éprouvettes de mortier [82, 83, 85, 95].

Cet essai permet de déterminer la réactivité des granulats en les broyant pour obtenir un sable pouvant être utilisé dans le mortier. Toutefois, la composition des GBR est modifiée par le broyage en modifiant la proportion de mortier adhérent dans le sable recyclé. De plus, le broyage peut exposer de nouvelles faces réactives des granulats. L'applicabilité des tests sur mortier pour les GBR est donc controversée [9]. Johnson et Shehata recommandent d'utiliser une méthode de broyage permettant d'obtenir la même proportion de granulats naturels et de mortier adhérent avant et après broyage [9, 90].

Le tableau 7 reprend les travaux d'état de l'art de Figueira sur les différentes méthodes de tests pour la réaction alcali-granulat [95].

Méthode de tests	Échantillon	Conditions expérimentales	Durée
ASTM C295	Granulats	Pétrographie	Sans Objet
ASTM C1260	Éprouvettes de mortier	Stocké à 80° C dans une solution dopée en alcalins	14 jours
ASTM C1293	Éprouvettes de béton	Stocké à 38° C dans une solution dopée en alcalins	Deux ans
ASTM C 1567	Éprouvettes de mortier	Stocké à 80° C dans une solution dopée en alcalins	28 jours
NF P 18 594	Éprouvettes de mortier	Mortier dopé en alcalins placé dans un autoclave à 127° C et 1,5 Bar.	5 heures
NF P 18 594	Éprouvettes de béton	Béton dopé en alcalins stocké à 38° C et 100 % HR	Un an
NF P 18 594	Granulats	Dosage de silice soluble	3 jours
NF P18 454	Éprouvettes de béton	Béton dopé en alcalins stocké à 60° C et 100 % HR	Un an
RILEM AAR-1	Granulats	Pétrographie	Sans Objet
RILEM AAR-4.1	Éprouvettes de mortier	Stocké à 60° C et une humidité de 100 %	15 semaines

Tableau 7 Comparaison des méthodes d'essais de la réactivité alcali-granulat [95]

Les essais accélérés ne prennent pas en considération l'absorption d'eau des granulats, comme le montre l'étude de Delobel, avec l'utilisation de granulats séchés à l'étuve sans prise en compte de l'absorption d'eau ayant mené à un allongement plus important des éprouvettes de mortier. Comme l'absorption d'eau affecte le gonflement obtenu par ces essais, Peng recommande de prendre en considération cette absorption et de réaliser les essais avec un rapport eau efficace/ciment constant [9, 92].

4.5 Mesures préventives face à la réaction alcali-granulat

Comme indiqué précédemment, la réaction a besoin de quatre conditions réunies pour se produire :

- Une teneur en alcalins suffisante dans la solution des pores du béton ;
- Un béton préparé avec des granulats ou sables réactifs ;
- La présence de portlandite dans le béton ;
- Une humidité relative d'au moins 80% [8, 21, 62].

En supprimant l'un de ces paramètres, la réaction ne se produit pas. Adams considère que l'humidité est un facteur difficile à contrôler et que la réaction se produira tout de même avec le temps [21]. L'utilisation de sources de granulats non réactifs est possible pour les bétons de granulats naturels mais le contrôle des multiples sources de granulats d'origine des GBR est compliqué [21, 87]. Enfin, l'utilisation de ciment avec une faible teneur en alcalins peut avoir un effet positif comme négatif à cause de l'effet pessimum, et l'utilisation de GBR apporte des alcalins [21, 96].

La manière la plus efficace pour réduire et garder sous contrôle la réaction alcali-granulat dans les bétons de GN est l'utilisation d'additions tels que les cendres volantes, le laitier de haut-fourneaux, les fumées de silice ou les métakaolins [9, 21, 93, 96].

Les additions permettent la réduction de l'impact de la réaction alcali-granulat par plusieurs mécanismes, comme la substitution du ciment limitant sa contribution dans les apports d'alcalins, ainsi que la baisse du pH dans la solution des pores du béton par la formation de silicate de calcium hydraté (C-S-H). La consommation de portlandite empêche la silice dissoute de précipiter et de former un gel de silice et améliore les propriétés mécaniques du béton afin qu'il résiste mieux à la pression exercée par l'expansion du gel de silice [9, 21, 93, 96].

L'effet des additions provient avant tout de leurs propriétés pouzzolaniques ou hydrauliques, et également par la quantité importante de silice réactive qu'elles apportent. Selon la figure 13, cet apport fait basculer la composition du béton dans la zone D du schéma de Stanton, inhibant la réaction alcali-granulat [7, 9, 78].

Ces additions peuvent limiter la réaction avec un taux de substitution du ciment de seulement 10%. Toutefois, l'efficacité de ces additions est fortement dépendante de leur composition et notamment de leur teneur en alcalins. Les additions ayant une teneur en alcalins

élevée et une teneur en silice réactive peu élevée peuvent demander 60% de substitution du ciment pour limiter la réaction [21, 64, 96].

Thomas a montré que l'utilisation de GBR réduit l'efficacité des additions, qui doivent être incorporées en plus grandes quantités pour obtenir le même gonflement que le mortier réalisé avec les granulats naturels. Cette réduction d'efficacité est d'autant plus importante si la substitution se fait avec du sable recyclé plutôt que des gravillons recyclés [64].

Par exemple, l'efficacité des cendres volantes est attribuée à ses propriétés pouzzolaniques qui consomment la portlandite, limitant l'accès au calcium de la silice dissoute. La réduction de son efficacité est attribuée au mortier adhérent qui contient de la portlandite accessible à la silice dissoute [9].

La réactivité des granulats étant en cause dans tous les cas, et les GBR étant des matériaux composites, leur pré-traitement permet l'amélioration de leurs propriétés et en particulier celles du mortier adhérent pour réduire le gonflement dû à la réaction alcali-granulat.

Peng propose un pré-traitement des GBR par succion d'une barbotine d'additions pouzzolaniques dans le mortier adhérent des GBR. Cette méthode diminue la réactivité des GBR de 65% avec une expansion du granulat traité sous le seuil de réactivité de 0,10% du test d'expansion ASTM C1260. L'effet de ce pré-traitement est attribué à la réaction entre l'addition et la portlandite formant des C-S-H et donc une barrière à la réaction alcali-granulat [9].

En utilisant des granulats lavés selon la procédure de Adams [91], et des granulats non lavés, Johnson et Shehata ont montré que le lavage des GBR permet de réduire leur réactivité en diminuant l'expansion d'éprouvette de mortier de 20% par rapport à l'éprouvette de contrôle [90]. Le lavage des granulats permet à la fois de réduire la teneur en alcalins de la solution des pores du mortier adhérent mais aussi de laver la portlandite $Ca(OH)_2$ qui se trouve dans ces granulats [97].

Enfin la carbonatation forcée des GBR, qui fait l'objet de nombreuses études, est un procédé de pré-traitement qui a déjà montré ses capacités à améliorer les caractéristiques des GBR, et permet aussi la diminution de l'expansion due à la réaction alcali-granulat [6, 31].

5 La carbonatation forcée

La carbonatation de la matrice cimentaire du béton est un phénomène naturel qui se produit pendant la phase d'exploitation d'un ouvrage en béton sous l'action du CO_2 atmosphérique (0,04% en volume) [5]. Il s'agit de la réaction entre le dioxyde de carbone et la portlandite, les silicates de calcium et aluminate de calcium pour former des carbonates de calcium. Pour se produire, la réaction a besoin d'eau afin que le CO_2 puisse s'y dissoudre [31].

La carbonatation est dite forcée lorsque qu'elle est réalisée en laboratoire avec une concentration en CO_2 allant jusqu'à 100% ainsi qu'une température et une humidité contrôlées [31].

La formation de carbonate de calcium a pour effet de diminuer le pH de la solution des pores du béton, de renforcer ses propriétés mécaniques, de diminuer sa porosité … [11, 31]

5.1 Description du phénomène

5.1.1 Réactions chimiques

Les mécanismes de la réaction de carbonatation sont les suivants :

Le CO_2 se dissout dans la solution des pores du béton suivant l'équation (6), et forme de l'acide carbonique qui libère des ions H^+ lorsque le pH de la solution dépasse 10.

$$CO_2 + H_2O \leftrightarrow {CO_3}^{2-} + 2H^+ \quad (6)$$

La libération d'ions H^+ provoque une baisse du pH compensée par la dissolution de portlandite dans l'eau suivant l'équation (4b).

$$Ca(OH)_2 \leftrightarrow Ca^{2+} + 2OH^- \quad (4b)$$

La dissolution du dioxyde de carbone et de la portlandite conduit à la réaction (7) formant du carbonate de calcium.

$$Ca^{2+} + {CO_3}^{2-} \leftrightarrow CaCO_3 \ (7)$$

Le CO_2 dissout réagit également avec les C-S-H et C-A-H présent dans les pores, formant à nouveau du carbonate de calcium suivant les équations (8) et (9). Cette réaction est toutefois plus lente que pour la portlandite :

$$2SiO_3.3CaO.3H_2O + 3{CO_3}^{2-} + 6H^+ \leftrightarrow 4CaCO_3 + 2SiO_2 + 6H_2O \ (8)$$

$$4CaO.Al_2O_3.11H_2O + 4{CO_3}^{2-} + 8H^+ \leftrightarrow 4CaCO_3 + 2Al(OH)_3 + 12H_2O \ (9)$$

En libérant des ions H^+, la somme de la réaction provoque une baisse du pH de 12,5 à un pH entre 8 et 9 [5, 31]. La carbonatation de la portlandite et des C-S-H provoque une augmentation du volume des solides de respectivement 11,5% et 23,1%. Il en résulte une baisse de la porosité de la matrice cimentaire [11, 53, 98].

5.1.2 Influence des conditions environnementales

La carbonatation augmente avec le taux de CO_2 dans l'air et avec la température, et est dépendante de l'humidité relative [11, 31, 99].

Liu et Ha préconisent une température maximale de carbonatation de 60 ° C au-delà de laquelle la vitesse de la carbonatation diminue [100]. La figure 18 issue de l'étude de Drouet réalisé dans un incubateur avec 50% de CO_2 en volume, sur une PDC CEM I durcie, à pression atmosphérique, nous montre que la profondeur de carbonatation augmente avec la température jusque 80° C, et que l'humidité relative optimale est de 50%. Toutefois, la température optimale pour une PDC de type CEM V durcie est de 50 ° C dans cette étude [99].

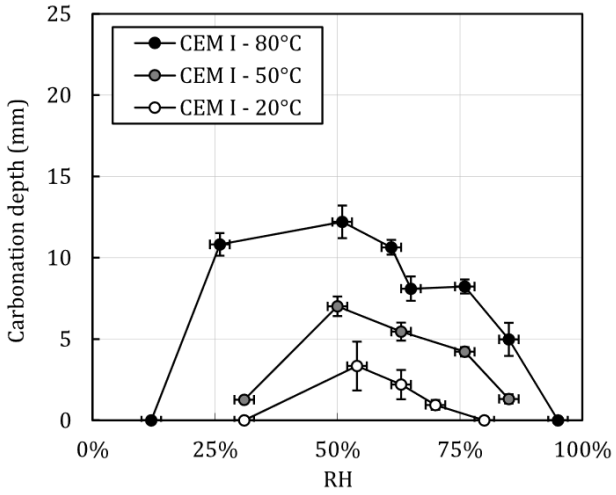


Figure 18 Profondeur de carbonatation à 7 jours et 50% de CO_2 en fonction de l'humidité relative et de la température [99]

Wang a réalisé des essais jusque 300 ° C et semble avoir trouvé un pic de carbonatation maximale à 100° C [101].

Sereng a montré que pour un même temps d'exposition, à 15% de teneur en CO_2 la carbonatation des GBR à une température de 40° C permet d'augmenter la masse de CO_2 absorbé par les GBR jusqu'à 107% par rapport à la carbonatation à une température de 20° C. Selon l'auteur, la hausse de la température permet une plus forte diffusivité des hydrates du ciment, ce qui permet une plus forte réactivité [31]. Toutefois, la solubilité du CO_2 et celle de la portlandite diminuent avec l'augmentation de la température [99].

La température optimale de carbonatation des GBR ne semble pas toujours identique en fonction des études. Wang met en évidence une température optimale de 100° C, et Drouet d'au moins 80° C pour un ciment CEM I et 50° C pour un ciment CEM V. Wang attribue les différences de pic de carbonatation en fonction de la température au changement de la teneur en eau des GBR, et Drouet les attribue aux différences de compositions de pâtes de ciment, affectant l'optimum entre l'augmentation de la diffusivité et la diminution de la solubilité [99, 101]. L'ensemble des auteurs mettent en évidence une température maximum au-delà de laquelle la vitesse de la carbonatation diminue [99–101].

La profondeur de carbonatation est dépendante du temps d'exposition au CO_2. Toutes choses égales par ailleurs, la profondeur de carbonatation est proportionnelle à la racine carrée du temps. Sereng a montré qu'un granulat naturellement carbonaté pendant six ans est plus difficile à carbonater par carbonatation forcée qu'un GBR initialement non carbonaté [31].

5.1.3 Carbonatation des granulats de béton recyclés

La carbonatation des GBR est dépendante de la taille des grains qui les composent. Les fractions granulaires les plus fines se carbonatent plus vite et peuvent absorber plus de CO_2 par kg de granulats. En effet, les fractions plus fines contiennent plus de mortier adhérent que les fractions plus grossières, ce qui explique leur capacité à absorber plus de CO_2. Celles-ci ont aussi une surface

spécifique plus importante permettant plus d'échanges avec le CO_2 dans l'air, impliquant une vitesse de réaction plus importante [102]. La figure 19 montre que toutes choses égales par ailleurs, plus la fraction granulaire est fine, plus le taux de carbonatation est grand, pour un même temps d'exposition.

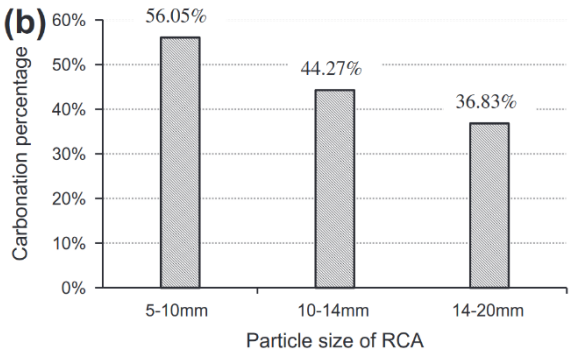


Figure 19 Degré de carbonatation en fonction de la taille des GBR [103]

La carbonatation nécessite la présence de phases carbonatables, en particulier de portlandite, pour produire de la calcite. La présence de calcium est donc fondamentale pour que la réaction puisse se produire. La quantité de CO_2 que le ciment peut absorber est dépendant de la composition du ciment et de ses additions [31].

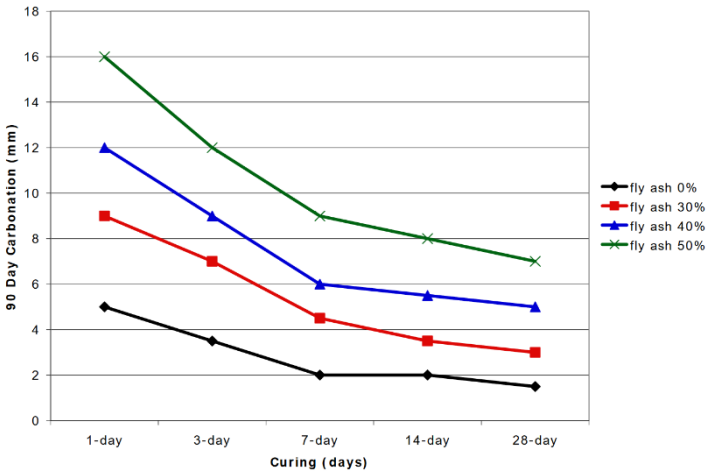


Figure 20 Influence de l'addition de cendre volantes sur la profondeur de carbonatation après une carbonatation de 90 jours [104]

La figure 20 montre que la profondeur de carbonatation augmente avec l'addition de cendre volante. En effet ces additions ont deux effets. Le premier effet est de se substituer au ciment, provoquant de fait une baisse de la quantité de portlandite qui sera formé dans la PDC. Le second effet provient des propriétés pouzzolaniques des cendres volantes qui vont consommer la portlandite dans la PDC. Il en découle que la quantité de portlandite disponible est très faible et le CO_2 peu se propager plus rapidement en profondeur dans les pores du béton [104, 105].

Cette figure montre aussi l'effet de la durée de la cure sur la profondeur de carbonatation. La cure permet de mieux hydrater le ciment : plus la cure est longue, plus le ciment est hydraté. Or, la porosité et la teneur en portlandite du béton est dépendante du degré d'hydratation du ciment [104]. La figure 21 montre l'impact de la porosité sur la profondeur de carbonatation :

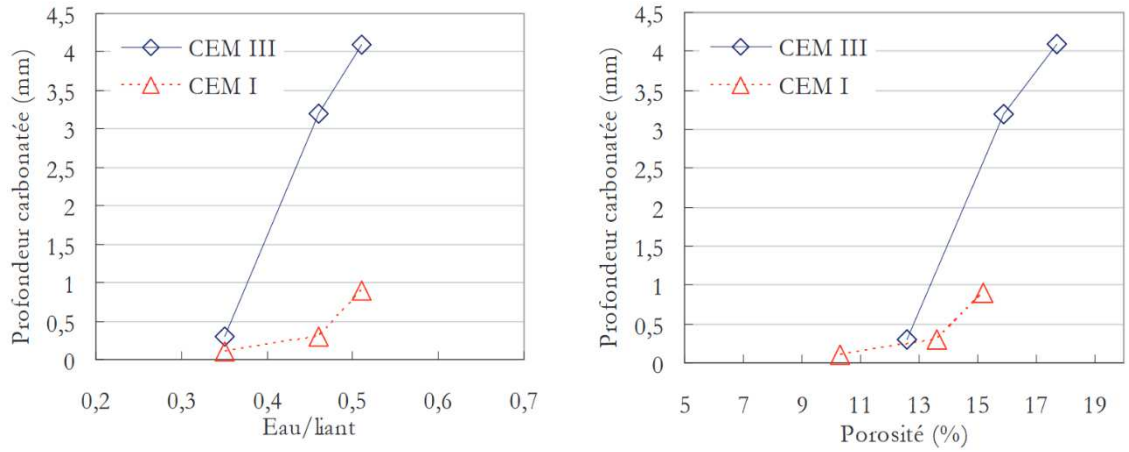


Figure 21 Profondeur de carbonatation en fonction du rapport eau/ciment et de la porosité du béton [105]

L'utilisation d'un rapport eau/ciment plus élevé entraîne une porosité plus élevée dans le béton. Or, ce sont les pores du béton qui permettent au CO_2 de carbonater la portlandite. Une plus grande porosité permet une plus grande dissolution du CO_2 dans la solution interstitielle des pores du béton [31].

5.2 Effets de la carbonatation sur les granulats de béton recyclés

La carbonatation de la portlandite et des C-S-H provoque une augmentation de volume dans les pores du mortier adhérent, qui colmate la porosité, diminue l'absorption d'eau et augmente la masse volumique des GBR [5].

5.2.1 Masse volumique

Par l'absorption de CO_2 et le comblement de la porosité interne au mortier, la masse de la matrice cimentaire augmente, ainsi que sa densité [106].

Matériaux	Absorption d'eau (%)	Masse volumique apparente (kg/m^3)
Sable de béton 30 MPa	8,06	2,53
Sable de béton 30 MPa carbonaté	5,78	2,65
Sable de béton 50 MPa	8,7	2,49
Sable de béton 50 MPa carbonaté	6,73	2,65

Tableau 8 Propriétés des sables de GBR avant et après carbonatation [32]

Matériaux	Absorption d'eau (%)	Masse volumique apparente (kg/m^3)
GBR 30 MPa	6,58	2639
GBR 30 MPa carbonaté	5,25	2619
GBR 45 MPa	5,98	2623
GBR 45 MPa carbonaté	4,71	2606
GBR 60 MPa	5,95	2620
GBR 60 MPa carbonaté	4,61	2670
GBR 80 MPa	5,81	2602
GBR 80 MPa carbonaté	4,41	2661

Tableau 9 Propriétés des GBR avant et après carbonatation en fonction des propriétés du béton d'origine [103]

Les tableaux 8 et 9 proviennent des études de Zhang sur la carbonatation des sables recyclés et de Zhan étudiant les propriétés des gravillons recyclés en fonction des propriétés des béton d'origine. Ils montrent que l'augmentation de la densité apparente est peu significative avec une augmentation souvent inférieure à 5%. Zhao a montré que l'augmentation de densité est plus grande pour les fractions granulaires les plus fines ; ceci est expliqué par la plus grande part de mortier adhérent dans les fractions fine de GBR et donc la plus grande quantité de portlandite à carbonater [106].

5.2.2 Absorption d'eau et porosité

Les expérimentations réalisées par Zhan et Zhang, montrent que la carbonatation diminue l'absorption des granulats d'un pourcentage pouvant aller de 15,6% à 28,3%. Simon, a montré, dans son travail de fin d'études, que plus les granulats passent de temps dans l'incubateur, plus les granulats sont carbonatés et plus l'absorption d'eau des granulats diminue [32, 103].

Zhao a mesuré une diminution de l'absorption d'eau des sables recyclés entre 32,8% et 25,8% par rapport aux sables recyclés non carbonatés [106].

Sereng a mesuré une diminution de l'absorption d'eau des granulats par carbonatation de 53% à 65% avec une diminution plus importante de l'absorption par carbonatation forcée plutôt que par carbonatation naturelle. Les GBR ayant absorbé 8,6g de CO_2 par kg de granulats par carbonatation forcée ont une absorption d'eau sensiblement égale aux GBR ayant absorbé 16,3g de CO_2 par kg de granulats par carbonatation naturelle [6].

5.2.3 Indice d'écrasement

Après carbonatation Zhang a constaté une amélioration de 7,6% à 9,6% de l'indice d'écrasement de sables recyclés carbonaté par rapport aux sables recyclés non carbonatés [107].

5.3 Effets du traitement des granulats sur les propriétés du béton

Le prétraitement par carbonatation des GBR améliore sensiblement les propriétés des bétons préparés avec ces derniers. Avec un taux de substitution de 100%, un béton de granulats naturels de 34,05 MPa voit sa résistance à la compression diminuée de 24,52% à 25,7MPa. La carbonatation des GBR permet de limiter cette diminution de résistance à 8,63% donnant une résistance à la compression de 31,11MPa comme le montre le tableau 10.

Les granulats de cette étude ont été carbonatés après mise en dépression à -0,46 bar de l'incubateur. Le CO_2 à 99% à ensuite été injecté jusqu'à l'obtention d'une pression de 2,76 bar, qui a été maintenue pendant 48 h.

Les mêmes conclusions d'augmentation de la résistance peuvent être tirées pour la résistance à la traction et à la flexion [53].

Essais (MPa)	Granulats naturels	Granulats recyclés	Granulats recyclés carbonatés
Résistance à la compression	34,05	25,70	31,11
Résistance à la traction	3,21	2,45	2,86
Résistance à la flexion	5,46	3,66	4,77

Tableau 10 Comparaison des résistances de béton 30 MPa avec et sans carbonatation des granulats [53]

Poon a observé la même tendance d'augmentation des propriétés mécaniques du béton grâce à la carbonatation des GBR. Les propriétés du béton obtenu après carbonatation gardent toutefois une résistance inférieure à la résistance mécanique du béton de granulats naturels [108].

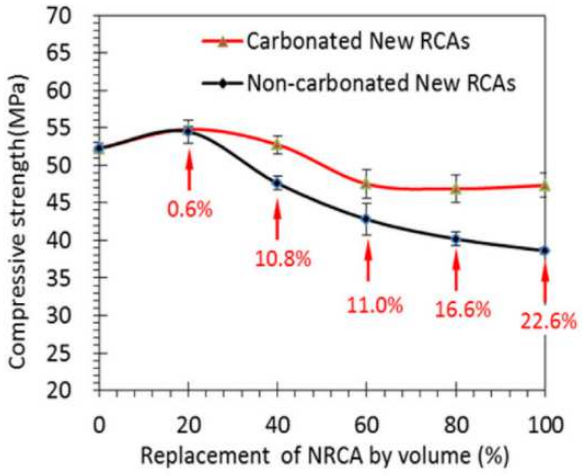


Figure 22 Comparaison des effets de GBR carbonatés et non carbonatés en fonction du taux de substitution [54]

Xuan a étudié de façon comparative l'effet du taux du substitution des granulats naturels par des GBR carbonatés et non carbonatés. Les résultats montrent que, quel que soit le taux de substitution, les GBR non carbonatés ont un effet plus délétère sur les propriétés du béton que les GBR carbonatés comme le montre le figure 22 [54].

D'après l'étude de Lu, l'utilisation de GBR non carbonatés diminue le retrait endogène tandis que l'utilisation de GBR carbonatés l'augmente. Toutefois, la carbonatation des GBR a un effet positif sur le retrait de séchage [109].

Le traitement des GBR diminue la porosité du mortier adhérent et améliore de ce fait les propriétés de transport du béton. Singh mesure que l'utilisation de GBR non carbonatés augmente l'absorption d'eau du béton de 60,09% tandis que l'utilisation de GBR carbonatés limite cette augmentation à 26,8% [53].

Cette amélioration des propriétés de transport se mesure aussi dans la pénétration des ions chlorures dans le béton. Singh et Poon mesurent une amélioration de ces propriétés par l'utilisation de GBR carbonaté. Les auteurs concluent leurs études par l'amélioration de la durabilité des bétons recyclés par l'utilisation de GBR carbonatés [53, 108].

La diminution de l'absorption induit aussi une amélioration de l'ouvrabilité. Zhang a mesuré cette amélioration sur des mortiers frais dont le rapport eau/ciment est fixe et l'absorption d'eau des granulats est ignorée. La carbonatation a permis une légère augmentation de l'ouvrabilité des mortiers par rapport aux mortiers de sables recyclés non carbonaté. L'ouvrabilité est toutefois largement inférieure à l'ouvrabilité du mortier de sables naturels [32].

5.4 Effets du traitement des granulats sur la réaction alcali-granulat

Thomas a montré que la carbonatation de GBR produits à partir de mortier de sables réactifs et d'un ciment à haute teneur en alcalins permet de réduire l'expansion due à la réaction alcali-granulat sur l'essai sur éprouvette de béton ASTM C 1293. L'essai montre que la carbonatation permet de réduire l'expansion du béton, même si celle-ci reste au-delà des limites acceptées par les normes pour le béton produit avec un ciment à haute teneur en alcalins. L'utilisation de 80% de ciment à faible teneur en alcalins et de 20% de cendres volantes en combinaison avec la carbonatation des GBR permet de totalement supprimer le gonflement[48].

L'auteur attribue la diminution d'allongement à la diminution de la teneur en alcalins et en ions hydroxyles, dus à la fois à la carbonatation et à l'utilisation de ciment à faible teneur en alcalins, abaissant le pH du mortier adhérent à 8 et empêchant la réaction de se produire [48].

Peng a étudié les effets de la carbonatation des GBR sur la réaction alcali-granulat. La carbonatation des granulats à 20° C, 60% de taux de CO_2 et 50% d'humidité a permis de réduire le gonflement de l'éprouvette de mortier de 30% par rapport aux GBR non carbonatés comme le montre la figure 23. Le simple traitement par carbonatation des GBR n'a toutefois pas permis de

traiter totalement le gonflement qui dépasse la limite d'expansion à 14 jours. Peng indique que les mécanismes de la réaction doivent être plus largement étudiés [9].

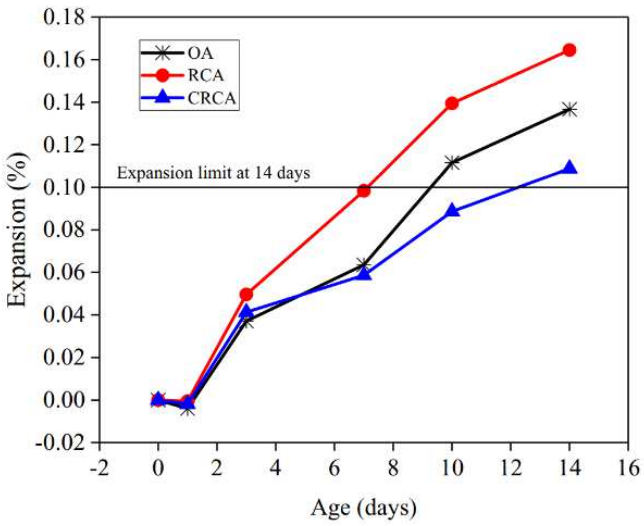


Figure 23 Effet de la carbonatation des GBR sur la réaction alcali-granulat à l'essai sur éprouvette de mortier [9]

5.5 Effets environnementaux de la carbonatation

La carbonatation des GBR absorbe du CO_2 atmosphérique et le séquestre dans le mortier des GBR. Contrairement à la carbonatation naturelle qui est lente et n'affecte que les premiers millimètres du béton, la carbonatation forcée des GBR permet quant à elle une absorption du CO_2 plus en profondeur et plus rapide du CO_2 [110].

Plusieurs auteurs ont calculé différentes quantités de CO_2 séquestré par tonne de granulats. La valeur théorique du potentiel de séquestration de CO_2 est de 0,5 kg de CO_2 par kg de ciment pour des granulats composés de 15% de PDC, ce qui équivaut à 75 kg/t de granulats. Les valeurs expérimentales diffèrent beaucoup : Kikuchi rapporte une valeur de 11kg/t de granulats, Xuan 7,9 kg/t, Dos Reis rapporte un potentiel compris entre 8 et 47,5 kg/t en fonction de la méthodologie et expérimente une méthode de séquestration permettant de stocker 140kg/t de granulats [13, 54, 111].

Jang rapporte que la séquestration du CO_2 dans les GBR est une méthode efficace car elle peut se réaliser dans des conditions demandant peu d'énergie telle que la pression atmosphérique et la température ambiante. Les méthodes actuellement utilisées permettent d'atteindre 50% du potentiel de carbonatation en seulement quatre heures, avec un taux de CO_2 de 100% et une injection sous pression de 1,5 Bar [112].

Poon a réalisé une analyse comparative du cycle de vie de bétons de GN, de GBR et de GBR carbonatés. Cette étude permet de montrer l'impact environnemental positif de la carbonatation des GBR comme le montre le tableau 11. Les GBR carbonatés émettent 10% moins de CO_2 que les granulats non carbonatés. L'étude ne précise pas les différentes distances de transport pour

chaque granulat et prend en considération la carbonatation minérale sur 24h. L'étude considère aussi que les bétons de GN et de GBR utilisent les mêmes quantités de ciment [108].

Matériaux	Emissions de gaz à effet de serre (kg CO_2eq/m^3)	Economie par rapport au béton de granulats naturels
Béton de granulats naturels	425	0 %
Béton de GBR	370	13 %
Béton de GBR carbonatés	331	22 %

Tableau 11 Emissions de GES du béton de GN, de GBR et de GBR carbonatés [108]

La carbonatation peut aussi s'effectuer sur des granulats biosourcés préalablement enrobés de ciment et d'additions minérales afin d'améliorer les propriétés de ces granulats et ainsi que l'impact environnemental du béton [113].

Dans leur étude de cas à Paris, Idir et Ben Fraj ont mis en évidence une limite de 50km de distance de transport pour les GN au-delà de laquelle il est plus intéressant d'un point de vue environnemental de substituer les GN par des GBR. En prenant en compte le CO_2 absorbé par les GBR, la substitution est plus intéressante quel que soit la distance de livraison des GN [28].

5.6 Méthodes d'évaluation de la carbonatation

5.6.1 Essai à la phénolphtaléine

Différentes méthodes permettent de suivre la carbonatation des matériaux cimentaires. La plus utilisée et la plus simple est le virage de couleur de la phénolphtaléine visible sur la figure 24. La phénolphtaléine est un indicateur de pH virant de couleur, de transparent vers violet, à un pH supérieur à 9. Comme le pH de la solution des pores du béton est de 12,5 et que la carbonatation le réduit à 8, elle agit comme un bon indicateur de la carbonatation. Elle ne donne qu'un résultat qualitatif sur le degré de carbonatation mais permet de quantifier la profondeur de carbonatation comme le montre le virage de couleur sur la figure 24 [114].

On considère que le pH de la solution des pores du béton est d'au moins 11,5 quand il n'est pas carbonaté, entre 9 et 11,5 lorsque la réaction de carbonatation est avancée de 0 à 50% et le pH continue de diminuer jusqu'à 8 lorsque la carbonatation est complète [115].

Ce produit est toutefois toxique et cancérigène. Chinchón-Payá propose de le remplacer par une solution à base de curcumine possédant des propriétés similaires [114].

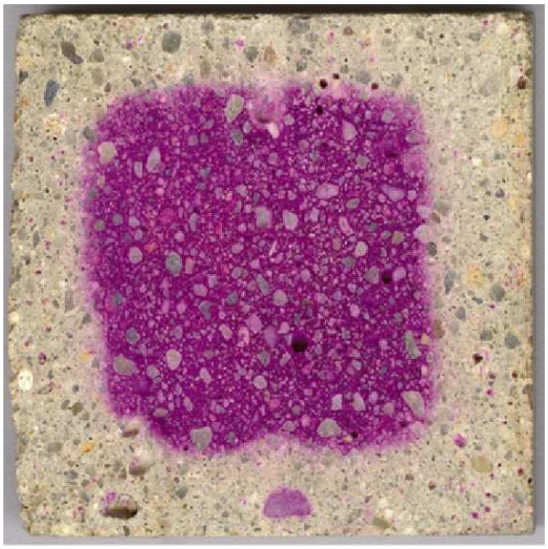


Figure 24 Virage de couleur de la phénolphtaléine au contact de la PDC non carbonatée [114]

5.6.2 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique est la méthode la plus utilisée pour quantifier la carbonatation du béton. L'essai consiste en la mesure de la perte de masse d'un échantillon de béton ou de PDC en fonction de la température, entre 0° C et 1200° C. Les différentes espèces chimiques présentes dans le matériau se décomposent à différentes températures. En mesurant la différence de masse à certaines températures, l'analyse permet de déduire les espèces chimiques qui se décomposent, ainsi que la masse qui s'est décomposée [116].

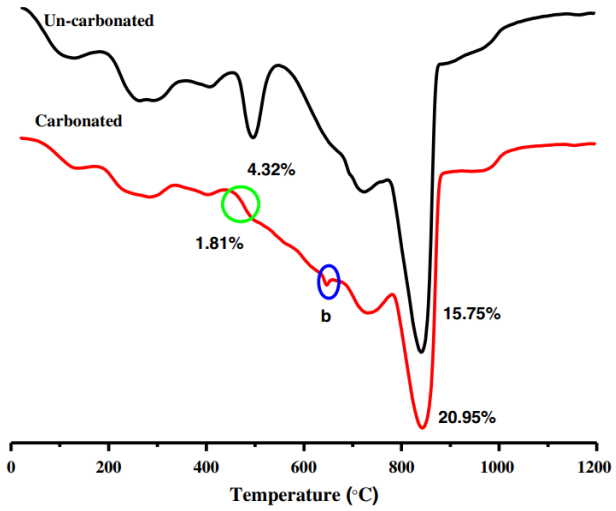


Figure 25 Analyse thermogravimétrique comparative entre une PDC carbonatée et une PDC non carbonatée [32]

La figure 25 montre l'analyse thermogravimétrique de Jiake qui met en évidence la disparition du pic vert dans la PDC carbonatée correspondant à la portlandite et l'apparition du pic bleu indiquant la décomposition d'une partie du carbonate de calcium [32].

5.6.3 Suivi par prise de masse

Monkman à établi l'équation (10) de suivi de la carbonatation forcée [117] :

$$\Delta Masse = \frac{Masse\ après\ carbonatation + Pertes\ d'eau - Masse\ avant\ carbonatation}{Masse\ de\ granulats\ secs} \quad (10)$$

La carbonatation se faisant dans un incubateur hermétique, la masse de la perte d'eau se quantifie en suivant la masse de la solution saline dans l'incubateur. En faisant l'hypothèse que la seule prise de masse des granulats provient de la carbonatation, cette équation permet de calculer la quantité de CO_2 stockée par les granulats. Le suivi de la prise de masse permet de quantifier la cinétique de la carbonatation tandis que la stabilisation de la prise de masse sur 24h permet aussi de déterminer la carbonatation complète des échantillons [117].

En connaissant le potentiel de carbonatation théorique du ciment, Zhan propose de considérer le pourcentage de carbonatation à l'aide l'équation (11) :

$$\epsilon = \frac{\Delta Masse\ expérimentale}{Potentiel\ de\ carbonatation} * 100 \quad (11)$$

Et le potentiel de carbonatation peut être déterminé suivant la l'équation (12) :

$$Potentiel\ de\ carbonatation = Masse\ ciment * CO_{2\,max} \quad (12)$$

Où la masse de ciment est considérée avant hydratation et $CO_{2\ max}$ est le potentiel de carbonatation du ciment dans les granulats. D'après la formule de Steinour (13), ce potentiel dépend de la quantité d'oxydes dans le ciment avant hydratation [118].

$$CO_{2\,max} = 0{,}785(CaO - 0{,}7SO_3) + 1{,}091MgO + 1{,}42Na_2O + 0{,}935K_2O \quad (13)$$

D'autres équations existent pour l'évaluation du potentiel de carbonatation des ciments. Pour un Ciment CEM I, Andrade calcule un potentiel de carbonatation de 49% de la masse de ciment à l'aide de la norme EN 16757 et Sereng de 52,1% et 51,3% pour respectivement un ciment CPA-CEM I 52,5 et un ciment CEM I 52,5 PM ES CP2 à l'aide de la formule de Steinour [31, 118].

Objectif de recherche

Comme vu dans l'état de l'art, la composition des GBR dépend de la taille de ces derniers, et les sables de GBR semblent être plus problématiques, pour les propriétés instantanées du béton tout comme pour sa durabilité vis-à-vis de la réaction alcali-granulat.

Il en découle que l'objectif de cette étude est de mesurer la réactivité aux alcalins de la partie grossière des GBR grâce à des essais sur mortier.

Tout d'abord, des essais seront réalisés sur les granulats d'origine afin de les comparer aux essais réalisés sur différents GBR faisant varier l'état d'avancement de la réaction alcali-granulat et la position des alcalins.

Puis ces mêmes GBR seront carbonatés afin de comprendre le rôle de la carbonatation dans la réduction de la réaction alcali-granulat.

Chapitre 3 : Matériaux et Méthode

1 Matériaux

1.1 Ciment

Le ciment utilisé pour la production des bétons et des mortiers est un ciment CEM I 52,5 N produit par CBR dans l'usine de Lixhe. Il est composé d'au moins 95% de clinker, de surface spécifique 4225 cm^2/g et de masse volumique absolue 3110 kg/m^3. La résistance moyenne à la compression à 28 jours est de 66,2 MPa et sa teneur en Na_2O_{eq} est de 0,68%.

La fiche technique du ciment est disponible en annexe 1.

1.2 Granulats naturels

Les granulats naturels utilisés pour la préparation des bétons de laboratoire proviennent du calcaire du Tournaisis connu pour sa réactivité aux alcalins [71].

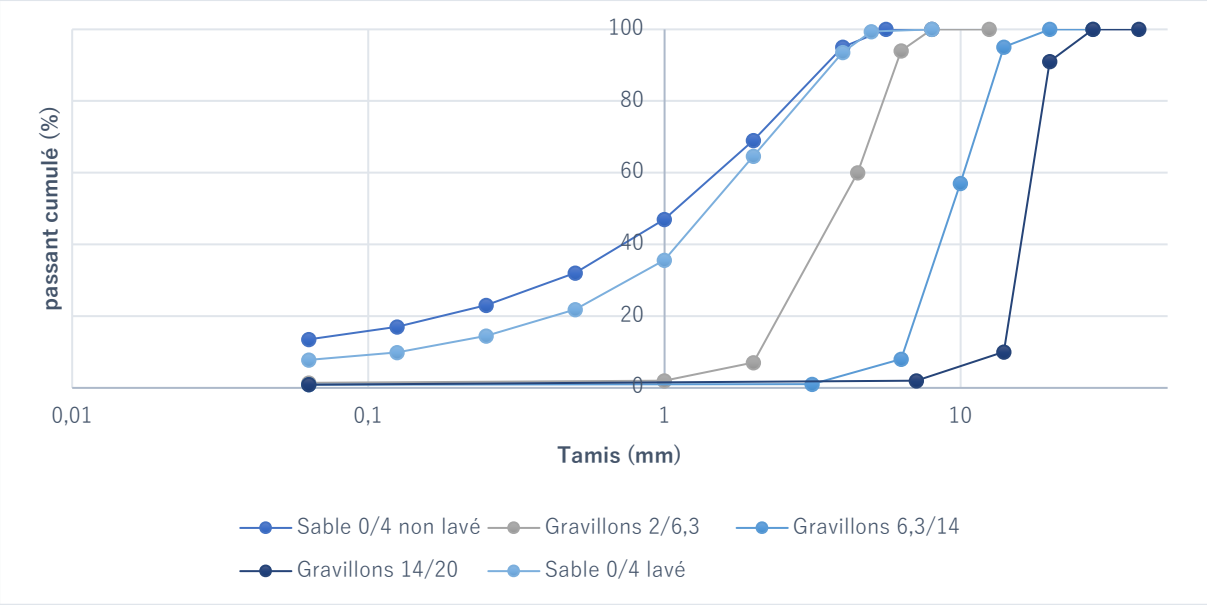


Figure 26 Courbes granulométriques des différentes fractions granulaires du calcaire du Tournaisis

Les granulats sont fournis par Sagrex Lemay. Les gravillons sont fournis lavés mais pas le sable qui contient une grande quantité de fines. Les sables sont lavés par le Centre Terre et Pierre. La figure 26 montre la différence de courbe granulométrique entre le sable lavé et le sable non lavé.

Sagrex Lemay fournit une fiche technique pour chaque fraction granulaire, les informations essentielles se retrouvent donc dans le tableau 12.

Fraction granulaire	Masse volumique réelle (kg/m³)	Absorption
0/4 non lavé	2677	0,3%
2/6,3	2660	0,5%
6,3/14	2660	0,5%
14/20	2660	0,5%

Tableau 12 Caractéristiques données par le vendeur des différentes fractions du calcaire du Tournaisis

Les fiches techniques des granulats naturels sont disponibles en annexe 2.

1.3 Granulats recyclés

Les granulats recyclés sont produits par l'entreprise ELOY et proviennent de différents sites de démolition et de déchets de béton de leurs chantiers. La courbe granulométrique des granulats est représentée sur la figure 27:

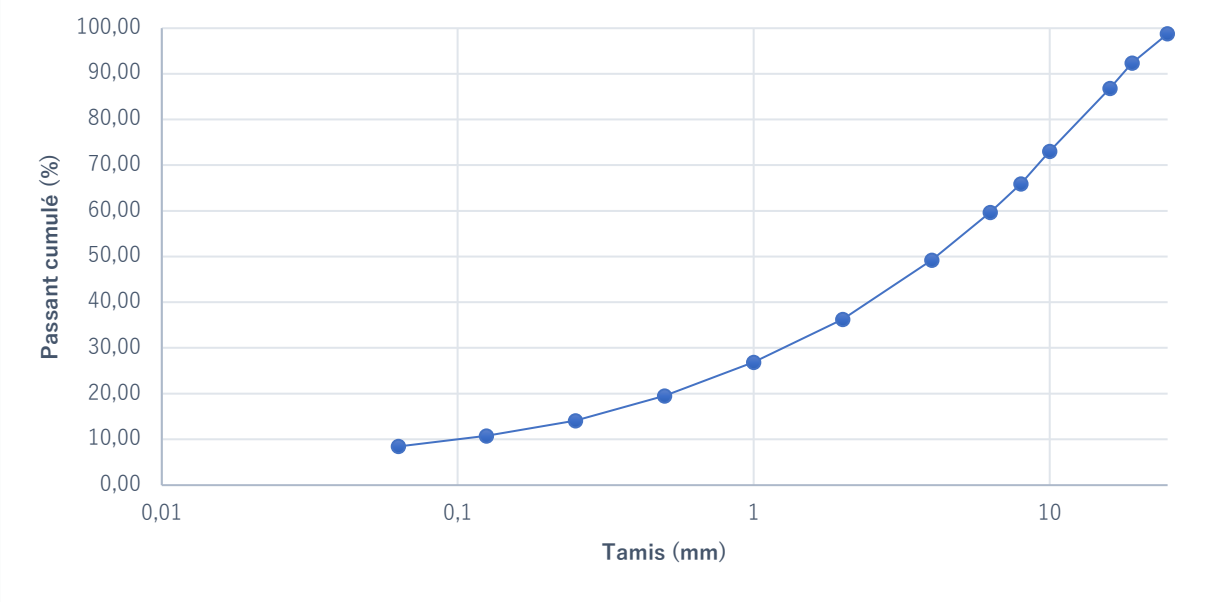


Figure 27 Courbe granulométrique des GBR Eloy

Ces granulats ont une masse volumique réelle après séchage en étuve de 2760 kg/m³ et un coefficient d'absorption d'eau de 5,45%. Ils ne sont pas lavés.

Ils contiennent au maximum 5% d'impuretés. Les impuretés dans ces granulats sont constituées de briques, bois, enrobés bitumineux, déchets plastiques, gypse et restes de câbles électriques en cuivre isolés.

1.4 Superplastifiant

Le superplastifiant liquide RHEOBUILD 1100 Con.30%, utilisé pour la préparation des bétons de laboratoire, est produit par BASF. Sa masse volumique à 20° C est de 1145 kg/m^3 et a un pH compris entre 6 et 9.

L'état de l'art a montré que les superplastifiant peuvent être une source potentielle d'alcalins dans le béton. Le RHEOBUILD 1100 Con.30% a une teneur en Na_2O_{eq} inférieure à 5% de sa masse. La fiche technique du superplastifiant est disponible en annexe 3.

2 Méthode

2.1 Béton de laboratoire

2.1.1 Formulation

Les bétons de laboratoire ont été préparés avec les granulats du Tournaisis en vue de produire avec ceux-ci des GBR réactifs par broyage.

La formulation de ces éprouvettes de béton suit le point 6 de la norme NF P18-594 « essai à long terme ». Le tableau 13 résume les prescriptions de la norme NF P18-594 pour la formulation des bétons [85].

Matériaux	
Ciment CEM I 52,5 N	410 kg/m^3
Soude	Ms (à calculer)
Eau déminéralisée	(215-Ms) kg/m^3
Sable	225 litres (à ajuster)
Gravillon	435 litres (à ajuster)

Tableau 13 Prescriptions de formulation des bétons selon la norme NF P18-594

La masse de soude à ajouter dans l'eau de gâchage permet de contrôler la quantité d'alcalins en Na_2O_{eq} dans le béton en prenant en compte les apports d'alcalins provenant du ciment. La masse totale de soude doit être de 1,25% de la masse de ciment et se calcule suivant l'équation (14) :

$$Ms = 1{,}29 * (410 * (1{,}25 - a)/100 \quad (14)$$

Avec « a » la teneur en Na_2O_{eq} du ciment.

L'ajustement de la quantité de sables et de gravillons se fait pour obtenir un béton compacté en place de classe de consistance S2. Pour ce faire, la masse de chaque fraction granulaire a été calculée avec la méthode de Dreux-Gorisse. Le tableau 14 résume la formulation théorique du béton selon la norme NF P18-594 et la méthode de Dreux-Gorisse, ainsi que les bétons qui ont effectivement été réalisés en laboratoire qui diffèrent légèrement de la norme NF P18-594 [85].

Deux types de bétons ont été préparés pour cette étude, un béton « dopé » avec une teneur en alcalins de 1,25% de la masse de ciment conformément à la norme NF P18-594 et un béton « non dopé » préparé sans ajout de soude dans l'eau de gâchage [85].

Matériaux (kg/m³ de béton)	NF P18-594 (Dreux-Gorisse)	Dopé	Non Dopé
Ciment	410	395	395
Soude	3	2,9	0
Eau	212	204	204
Sable	682,6	656,9	658.2
Gravillons 2/6,3	179,3	172,5	172,8
6,3/14	440	423,4	424,2
14/20	531,8	517,5	518,5
Superplastifiant	4,1	3,9	3,9

Tableau 14 Formulation des bétons selon la norme NF P18-594 et formulation des bétons préparés en laboratoire

La préparation de béton sans ajouts de soude permet de produire, par concassage, des GBR ayant une teneur en alcalins similaire à celle d'un béton ordinaire. Les bétons dopés ont deux intérêts. D'une part, leur teneur en alcalins permet d'accélérer la réaction et donc de réaliser différents essais à différents états d'avancement de la réaction alcali-granulat. D'autre part, la réalisation d'essais avec un béton non dopé et un béton dopé permet de faire varier la position des alcalins dans les mortiers soumis à essais.

2.1.2 Gâchage

Le gâchage est effectué conformément à la norme NF P18-594 :

1. Introduire la moitié des gravillons, du sable et de l'eau avec la totalité de la soude ;
2. Malaxer pendant 30 secondes ;
3. Introduire la totalité du ciment puis le reste des gravillons, du sable et de l'eau ;
4. Malaxer 3 minutes [85].

Le béton est ensuite coulé dans des moules à trois compartiments de dimensions 70mm*70mm*282mm équipés de plots de mesure en acier inoxydable. Le coulage s'effectue en deux couches sur table vibrante. Les moules sont ensuite conservés en enceinte climatique pendant (24 ± 1) h à une température de (20 ± 2)° C et au moins à 90% d'humidité relative. Après 24h, les prismes sont démoulés, identifiés, leur longueur est mesurée à 0,001mm près, et leur masse à 0,1% de précision relative. Une deuxième mesure est faite après 30 minutes dans l'eau à 20 ° C. L'exactitude de ces mesures est importante car c'est le suivi de leur évolution qui donne l'indication de l'état d'avancement de la réaction alcali-granulat [85].

2.1.3 Conservation

Les prismes de béton sont conservés verticalement dans deux chambres climatiques différentes, l'une réglée à 98% d'humidité relative et à une température de 38° C suivant la norme NF P18-594, et l'autre à 100% d'humidité relative et une température de 20° C [85].

L'objectif du stockage à une température de 38° C est d'accélérer la réaction, et celui du stockage à 20° C permet, à âge égal, d'obtenir deux états d'avancement de la réaction par rapport au béton à 38° C.

Le tableau 15 résume les différents bétons de laboratoire destiné à la production de GBR, leur environnement de conservation, leur âge et leur allongement au moment du broyage. Avec la notation « BO » pour béton d'origine, « D » ou « ND » pour dopé ou non dopé et RA ou RN pour réaction accélérée ou réaction naturelle en fonction de la température de conservation. Le dopage est exprimé par rapport à la masse de ciment.

Béton	Dopage (Na_2O_{eq})	Température	Age	Allongement au broyage
BO-D-RA	1,25 %	38° C	6 mois	0,031%
BO-ND-RN	0,68 %	20° C	6 mois	0,008%
BO-D-RN	1,25 %	20° C	5 mois	0,016%

Tableau 15 Caractéristiques des différents bétons utilisés pour produire les GBR

La figure 28 montre l'évolution de l'allongement des éprouvettes de béton au cours du temps et leur état au moment du broyage.

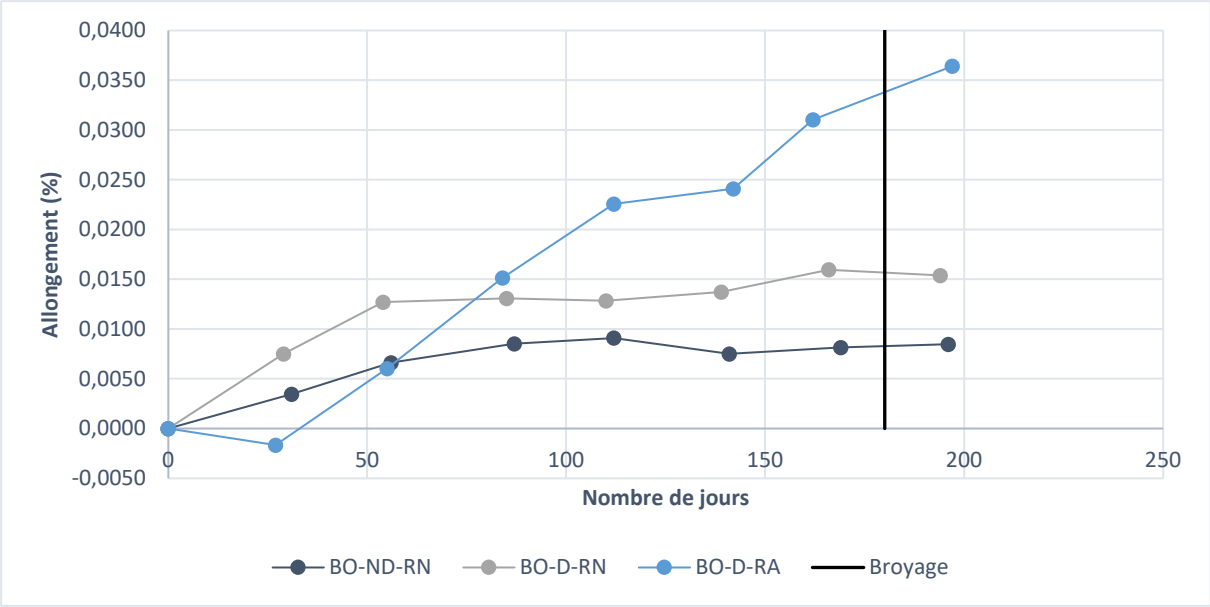


Figure 28 Courbe d'allongement des bétons

2.2 Préparation des gravillons recyclés

2.2.1 Production des GBR ELOY

Les GBR fournis par ELOY sont tout d'abord triés par tamisage à sec avec deux tamis : le premier à 4 mm le second à 20 mm afin de conserver uniquement les gravillons de dimensions 4/20.

A cette étape, une partie de ces granulats sont prétraité par carbonatation.

2.2.2 Production des GBR de laboratoire

Pour produire les GBR de laboratoire à partir des prismes de béton, la procédure suivante a été établie :

1. Fendre les prismes de béton en bloc d'environ 70*70*35 mm^3 ;
2. Broyer les cubes sur le concasseur à mâchoires en position 4 ;
3. Broyer les GBR obtenus sur le concasseur à mâchoires en position 3,5 ;
4. Trier les GBR avec un tamis de 4 mm et un tamis de 20 mm ;
5. Le refus à 20 mm est à nouveau broyé puis trié et ajouté à la fraction 4/20.

Cette procédure fait appel à deux broyages successifs car les concasseurs à mâchoires sont connus pour produire des granulats de forme allongée [22]. Ces deux broyages permettent de réduire ce phénomène.

A cette étape, une partie des granulats sont prétraités par carbonatation ou lavage.

2.2.3 Prétraitement des GBR par lavage

Les GBR des mortiers GBR-T-ND-RN-0,5-L et GBR-T-ND-RN-1,25-L ont été lavés une première fois avant leur broyage sous forme de sable recyclés afin de provoquer une lixiviation des

alcalins, de la portlandite ou de la silice dissoute. Ce lavage pourrait permettre de réduire la réactivité des GBR comme le suggère certaines études [90].

La littérature scientifique sur le lavage des GBR ne fait pas ressortir une méthode reconnue et admise pour cette procédure. Nous avons décidé d'immerger trois kilos de GBR de fraction 4/20 mm dans 35 litres d'eau potable pendant une période de 12 jours avec un renouvellement de l'eau après trois jours d'immersion.

2.3 Préparation des mortiers

Les mortiers ont été préparés suivant le point 5.1 de la norme NF P18-594, « essai accéléré à l'autoclave sur mortier ». L'essai consiste à évaluer la réactivité potentielle aux alcalins de granulats pour béton.

L'essai est réalisé avec une teneur en alcalins contrôlée à 4% de la masse de ciment, avec différents rapports de masse ciment / granulat afin de détecter une réactivité à effet pessimum des granulats.

2.3.1 Broyage des gravillons

Les gravillons des GBR-ELOY ont été broyés avec le petit concasseur à mâchoires réglé sur la position 4, puis sur un concasseur à rouleaux avec différents réglages d'ouverture afin de reconstituer au plus près possible la granulométrie pour la composition des mortiers. Cette méthode de concassage n'a pas été conservé car le concasseur à rouleau ne possède pas de graduations permettant la répétabilité de l'opération de broyage.

Les gravillons de GBR de laboratoire et des GBR-ELOY-C sont broyés avec un autre concasseur à mâchoires, plus grand, possédant des réglages plus fins. L'ouverture de celui-ci est réglée à 2,3 mm. Ce broyage permet de produire des sables recyclés destinés à l'essai sur mortier.

Le grand concasseur à mâchoires a été équipé de mâchoires dentelées pour l'ensemble des broyages, sauf pour les GBR-T-D-RA et GBR-T-ND-RN-L qui ont été broyés avec des mâchoires plates.

2.3.2 Granulométrie

La préparation du mortier impose de laver et sécher le sable avant de peser les quantités nécessaires à la préparation des éprouvettes de mortier. Le laboratoire ne disposant pas des tamis normalisés nécessaires à cette préparation, les tamis du tableau 16 ont été utilisés :

Dimension des ouvertures du tamis (mm)	5	2,36	1,25	0,63	0,315	0,150

Tableau 16 Dimensions des tamis utilisés pour le criblage du sable

Les quantités ont été adaptées par interpolation linéaire aux tamis disponibles selon le tableau 17 :

Tamis (mm) NF P18-594	Quantité NF P18-594 (%)	Tamis utilisé (mm)	Quantité adaptée (%)
5/2,5	30	5/2,36	32,8
2,5/1,25	25	2,36/1,25	22,2
1,25/0,63	25	1,25/0,63	25
0,63/0,315	10	0,63/0,315	10
0,315/0,16	10	0,315/0,15	10

Tableau 17 Quantité de sables par fraction granulaire adaptée aux tamis disponibles.

La figure 29 compare la courbe granulométrique obtenue après interpolation à la courbe imposée par la norme NF P18-594.

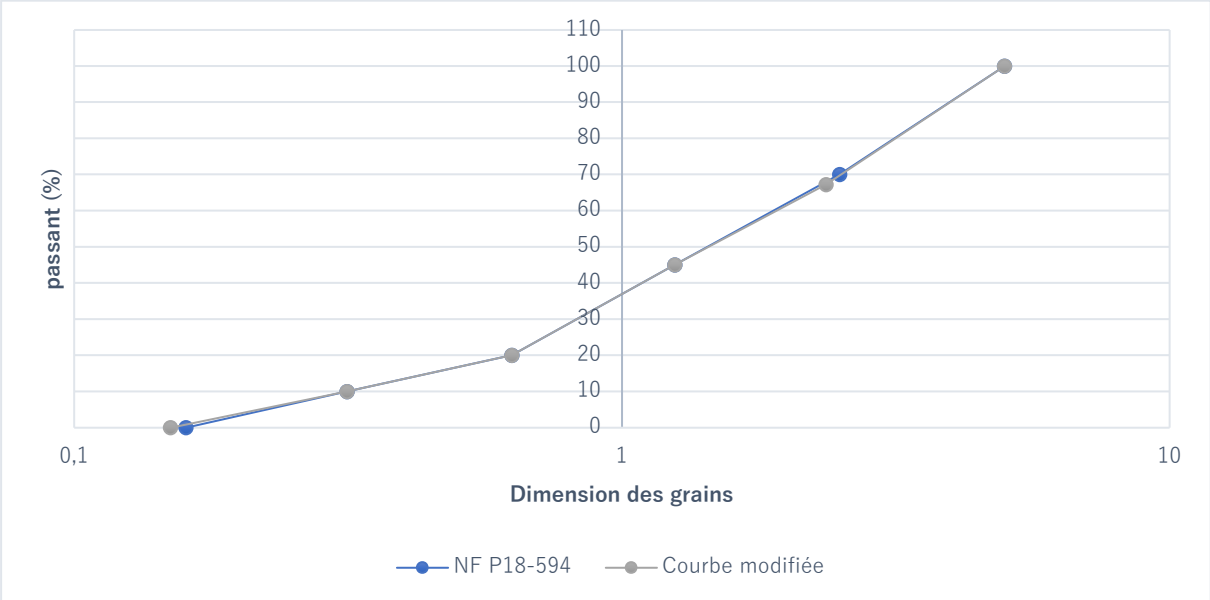


Figure 29 Reconstitution de la courbe granulométrique adaptée aux tamis disponibles

2.3.3 *Lavage des sables*

Le lavage des sables recyclés a été effectué suivant la procédure de Adams. Le lavage se fait par pulvérisation d'eau sur les refus de chaque tamis pendant un temps imposé [91].

Adams a produit des recommandations sur la base de tamis standard aux Etats-Unis . Cette procédure a été adaptée aux tamis à disposition selon le tableau 18 :

Tamis (Adams)	Temps de lavage	Tamis utilisés
2,36 mm	3 minutes 30 secondes	2,36 mm
1,18 mm	5 minutes	1,25 mm
0,600 mm	6 minutes	0,630 mm
0,300 mm	7 minutes	0,315 mm
0,150 mm	8 minutes	0,150 mm

Tableau 18 Temps de lavage adapté de la procédure de Adams [91]

Tous les sables recyclés ont été lavés de cette façon.

2.3.4 *Composition des mortiers*

La norme impose les quantités de matériaux à incorporer dans la préparation du mortier pour les rapports ciment / granulats (C/G) égal à 0,5 et 1,25. Afin de mettre en évidence un potentiel effet pessimum, les quantités nécessaires à la préparation d'essais avec un rapport C/G de 0,875 et 2,5 ont été calculées et utilisées lors de certains essais. L'hypothèse de la préparation d'un litre de mortier par gâchée a été posée. L'équation (15) permet de calculer les quantités de matériaux pour des différents rapport C/G de ce travail de fin d'études.

$$\frac{Granulats}{2{,}65} + \frac{Ciment}{3{,}1} + Eau = 1000 \quad (15)$$

On déduit la masse totale de sable à l'aide du rapport C/G choisi et du rapport eau / ciment qui est imposé à 0,5. Les quantités de sable de chaque fraction sont ensuite déduites de la masse totale de granulats et des valeurs du tableau 18.

Le ciment du mortier est sur-alcalinisé à 4% Na_2O_{eq} de sa masse, l'équation (16) permet de déduire la masse de solution sodée Ms à 100g de soude / litre, à ajouter :

$$Ms = \frac{Ciment * 1{,}29 * 1100}{100 * 100}(4 - 0{,}68) \quad (16)$$

Où 1100 est la masse volumique de la solution sodée, 1,29 est le rapport de conversion entre Na_2O_{eq} et NaOH et 0,68 est la teneur en Na_2O_{eq} dans le ciment.

De ces équations peut être déduit le tableau 19 des différents mortiers composés pour ce travail de fin d'études :

Quantité de matériaux, en gramme	C/G = 0,5	C/G = 0,875	C/G = 1,25	C/G = 2,5
2,36/5	393,6	299	236,2	141,7
1,25/2,36	266,4	202,3	159,8	95,9
0,63/1,25	300	227,9	180	108
0,315/0,63	120	91,1	72	43,2
0,150/0,315	120	91,1	72	43,2
Total sable	1200	911,5	720	432
Ciment	600	797,5	900	1080
Eau sodée	282,7	375,7	424	508,8
Eau déminéralisée	43	57,2	64,5	77,5
Total eau	300	432,9	450	540

Tableau 19 Composition des mortiers réalisés et adaptés de la norme NF P18-594

La norme ne demande pas d'ajuster la quantité de soude dans le cas où les GBR libèrent des alcalins. Comme les GBR sont connus pour en libérer, il n'a pas été tenu compte de cet effet lors de l'incorporation des GBR dans le mortier. Toutefois, dans les cas d'utilisation de GBR provenant de bétons de laboratoire dopés, la quantité d'alcalins libérée par ces GBR est anormalement élevée. De ce fait, les alcalins apportés par le dopage du béton d'origine ont été soustraits à la formule des mortiers.

Le béton est sur-alcalinisé à 1,25% de la masse de ciment et le ciment apporte déjà 0,68%. L'apport de la soude est donc de 0,57% de la masse de ciment. La masse de ciment étant de 395 kg/m^3 et la masse volumique du béton de 2400 kg/m^3, on en déduit que la soude représente 0,1% de la masse de béton. L'hypothèse a été faite que la proportion de granulats et de mortier adhérent est identique avant et après broyage et que le stockage des GBR dans les chambres humides n'a pas provoqué de lixiviation des alcalins. Cette hypothèse permet de calculer l'apport théorique d'alcalins des GBR dopés dans le mortier.

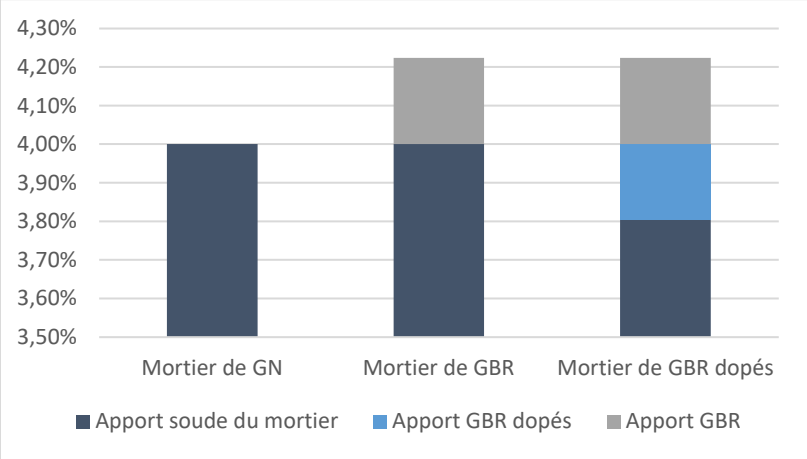


Figure 30 Principe de prise en compte des alcalins apportés par les GBR

La figure 30 montre que l'apport en alcalins des GBR non dopés n'est pas pris en compte dans la méthode, car celui-ci n'est pas pris en compte pour la préparation d'un béton. De plus, la norme ne demande pas de compenser un éventuel apport d'alcalins provenant des granulats. Mais l'apport des GBR dopés en alcalins est pris en compte pour le ramener à la même teneur en alcalins que les mortiers de GBR non dopés. La tableau 20 compare les masses d'eau introduite dans la composition des mortiers des GBR dopés et non dopés :

Mortier	Eau sodée (g)	Eau déminéralisée (g)
C / G = 0,5 dopés	266,1	58,1
C / G = 0,5 non dopés	282,7	43
C / G = 1,25 dopés	414	73,6
C / G = 1,25 non dopés	424	64,5

Tableau 20 Comparaison des quantités d'eau sodée et déminéralisée pour les mortiers de GBR dopés et non dopés.

Les hypothèses de départ de ce calcul sont probablement fausses, l'allongement des éprouvettes sera modifié par le changement de dosage en alcalins. Un sous-dosage provoque une baisse de l'allongement et vice versa. Des mesures d'alcalins solubles ont été réalisées afin de confirmer ces valeurs. Celles-ci ont montré que la quantité d'alcalins libérée par les GBR est bien inférieure aux prédictions.

Lorsque les quantités de matériaux disponibles ne permettent pas de réaliser 3 éprouvettes de mortier, les quantités de matériaux des tableaux 19 et 20 ont été multipliées par un coefficient 2,5/4 afin de produire uniquement deux éprouvettes de mortier.

2.3.5 Gâchage et cure

Le gâchage du mortier se fait à l'aide d'un malaxeur possédant trois vitesses, tel que sur la figure 31 :

Figure 31 Malaxeur avec trois vitesses du laboratoire

La procédure de gâchage est la suivante :

1. Introduire l'eau puis le ciment dans le récipient ;
2. Mettre en marche le malaxeur à petite vitesse ;
3. Après 30 secondes, introduire tout le sable pendant les 30 prochaine secondes ;
4. Mettre le malaxeur à sa plus grande vitesse pendant 30 secondes supplémentaires ;
5. Arrêter le malaxeur pendant 1 minute 30 secondes, et durant les 15 premières secondes, enlever le mortier adhérant aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le milieu de celui-ci ;
6. Reprendre le malaxage à grande vitesse pendant 60 secondes.

Deux points de cette procédure n'ont pas été respectés. Premièrement, le malaxeur à disposition empêche l'insertion de matière pendant sa marche à cause de la grille de protection. Le malaxeur a donc été arrêté pour introduire le sable puis aussitôt remis en marche à petite vitesse jusqu'à la fin du temps réservé à l'insertion des granulats. Deuxièmement, seules les petites et moyenne vitesses du malaxeur sont utiles car la plus grande vitesse du malaxeur du laboratoire éjecte le mortier à l'extérieur du récipient.

La norme impose un séchage à l'étuve des sables avant utilisation, mais reste silencieuse sur l'état de saturation des sables produits par broyage des gravillons. Cette norme est en effet destinée à évaluer la réactivité de sables naturels, qui ont généralement une absorption d'eau très faible, ce qui n'est pas le cas des sables recyclés. Pour cette étude, les sables recyclés produits par broyage des gravillons sont pré-saturés à 85% de leur coefficient d'absorption d'eau, par ajout d'eau dans le sable 30 minutes avant le gâchage. De ce fait, l'état de saturation des GBR est contrôlé pendant l'expérience. D'après l'étude de Delobel ce paramètre influence largement l'allongement des mortiers [92].

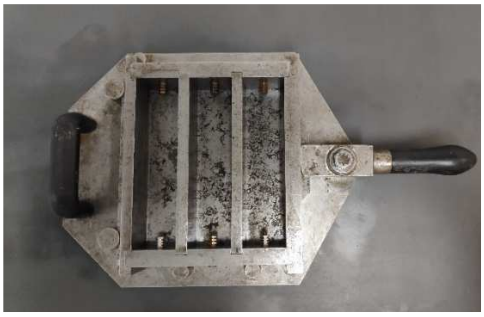


Figure 32 Moules des éprouvettes prismatiques de mortier

Chaque gâchée permet de mouler trois éprouvettes prismatiques de 40mm*40mm*160mm munies à chaque extrémité de plots de mesure en acier inoxydable comme le montre la figure 32. Le moulage est réalisé en deux fois avec un serrage de 60 coups à l'aide d'une table à chocs visible sur la figure 33 :

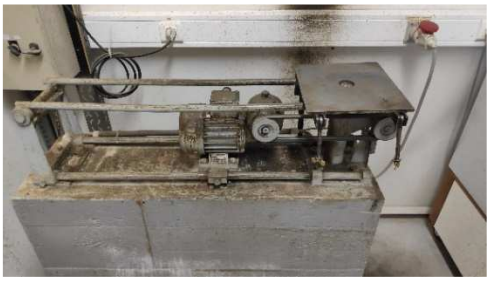


Figure 33 Table à choc du laboratoire permettant le serrage du mortier par 60 chocs

Les mortiers moulés sont conservés dans une chambre climatique à 100% d'humidité relative et à une température de 20° C pendant (24 ± 30min) h. A l'issue de ces 24h, les mortiers sont démoulés, identifiés et immergés dans de l'eau potable à 20° C.

2.4 Essais accélérés de réactivité aux alcalins

Cette partie de l'essai consiste à mesurer la longueur des éprouvettes prismatiques de mortier, puis à les soumettre à des conditions environnementales accélérant la réaction alcali-granulat à l'aide d'un autoclave rempli de 12 éprouvettes de mortiers disposées telles que sur la figure 34. Enfin la différence de longueur est mesurée après réaction.

La procédure est la suivante :

1. (48 ± 1) h après gâchage, sortir les éprouvettes de mortier de l'eau et mesurer leur longueur dans une pièce à 20° C ;
2. Placer verticalement les éprouvettes dans l'autoclave en les espaçant d'au moins 10 mm. Si le nombre d'éprouvettes dans l'autoclave est inférieur à la capacité maximale de ce dernier, compléter avec des éprouvettes tampons afin de travailler à volume constant ;
3. Remplir l'autoclave d'eau potable à 20° C afin de recouvrir les éprouvettes de 30 mm d'eau ;

4. Régler l'autoclave à 127° C et 0,15 MPa de pression. La montée en pression et en température se fait en une heure et l'autoclave doit ensuite rester à température constante pendant (5 ± 10min) heures ;
5. Arrêter le chauffage et ouvrir la soupape pour revenir à pression atmosphérique en environ 15 minutes :
6. Retirer le couvercle de l'autoclave et laisser refroidir pendant (18 ± 1) h avec les éprouvettes dans l'autoclave dans une pièce régulée à 20° C ;
7. Mesurer l'allongement des éprouvettes de mortier (voir figure 35).

Figure 34 Disposition des 12 éprouvettes de mortier dans l'autoclave remplie de 9 litres d'eau potable

L'allongement des mortiers est calculé selon l'équation (17) :

$$\varepsilon = \frac{longueur\ après\ essai - longueur\ avant\ essai}{140\ mm} \quad (17)$$

Lors du moulage du mortier, une partie de celui-ci peut encrasser les plots de mesure. Avant toute mesure, il convient de nettoyer toute trace de mortier sur les plots et de recommencer le nettoyage en cas de variation de la mesure.

Figure 35 Appareil de mesure de la longueur avec une précision de 0.001 mm. À gauche avec l'étalon de 160mm en invar et à droite avec une éprouvette de mortier identifiée

Le tableau 21 résume l'ensemble des éprouvettes de mortier réalisées pour cette étude. Les mentions T, Eloy ou GBR-T concernent respectivement les granulats naturels du Tournaisis, les granulats industriels produit par la société de Eloy et les GBR de béton de laboratoire fabriqués à partir des granulats naturels du Tournaisis. Les mentions suivant « GBR-T » reprennent les noms des bétons d'origine. Enfin, la colonne « Rapport C /G » indique les compositions réalisées pour chaque granulat :

Nom de l'essai	Rapports C/G	Granulats	Traitement
T	0,5 ; 1,25 ; 1,25 ; 2,5	Calcaire du Tournaisis	Aucun
T*	0,5	Calcaire du Tournaisis	Aucun
T**	0,5 ; 1,25 ; 0,875	Calcaire du Tournaisis	Aucun
GBR-T-ND-RN	0,5 ; 1,25	BO-ND-RN broyés	Aucun
GBR-T-D-RN	0,5 ; 1,25	BO-D-RN broyés	Aucun
GBR-T-D-RA	0,5 ; 1,25	BO-D-RA broyés	Aucun
GBR-T-ND-RN-C	0,5 ; 1,25	BO-ND-RN broyés	Carbonatation
GBR-T-D-RN-C	0,5 ; 1,25	BO-D-RN broyés	Carbonatation
GBR-T-D-RA-C	0,5 ; 1,25	BO-D-RA broyés	Carbonatation
GBR-T-ND-RN-C*	0,5 ; 1,25	BO-ND-RN broyés	Carbonatation
GBR-T-D-RN-C*	0,5 ; 1,25	BO-D-RN broyés	Carbonatation
GBR-T-ND-RN-L	0,5 ; 1,25	BO-ND-RN broyés	Lavage
GBR-Eloy	0,5 ; 1,25 ; 2,5	GBR Eloy	Aucun
GBR-Eloy-C	0,5 ; 1,25 ; 2,5	GBR-Eloy-C	Carbonatation

Tableau 21 Nom et caractéristiques des différents mortiers réalisés

Les mortiers T, T* et T** sont produits avec la fraction 0/4 mm du calcaire du Tournaisis sans broyage supplémentaire.

Les éprouvettes de mortier notées avec une étoile ont servi à contrôler l'impact d'erreurs méthodologiques survenues pendant les expériences. Le tableau 22 résume les erreurs méthodologiques et les expériences supplémentaires réalisées pour contrôler leur impact :

Mortier	Commentaires
T	L'autoclave est monté à une pression de 2 bars pendant une heure sans raison apparente, l'essai T*-0,5 a été réalisé pour comparer les résultats avec T-0,5.
T GBR-T-ND-RN GBR-T-D-RN GBR ELOY	L'essai à l'autoclave a été réalisé 48h après le démoulage et non 48h après le gâchage, les essais T**-0,5 et T**-1,25 ont été réalisés pour comparer les résultats avec T-0,5 et T-1,25.
GBR-T-ND-RN-C GBR-T-D-RN-C	L'essai à l'autoclave à subit une perte d'eau, les essais GBR-T-ND-RN-C* et GBR-T-D-RN-C* ont été réalisés pour valider les résultats.

Tableau 22 Erreurs méthodologiques et réponses à ces erreurs

2.5 Interprétation des résultats de l'essai de réactivité aux alcalins

D'après les normes NF P18-594 et FD P18-542, l'allongement des prismes de mortier permet de classer les granulats selon trois catégories :

- **Non réactif (NR)** : l'allongement des essais reste sous le seuil de 0,15% ;
- **Potentiellement réactif (PR)**: l'allongement d'au moins un des essais est supérieure à 0,15% ;
- **Potentiellement réactif à effet pessimum (PRP)** : si le critère de non-réactivité n'est pas satisfait et que l'allongement des mortiers en fonction du rapport ciment / granulats n'est pas décroissante [85, 119].

Le granulat peut être classé NR, PR ou PRP uniquement si les trois éprouvettes de mortier, de la même gâchée, ont le même classement.

2.6 Carbonatation forcée

Afin d'étudier l'effet de la carbonatation sur les granulats, le prétraitement est réalisé sur la fraction 4/20 des granulats. À cause des contraintes de temps, la procédure de carbonatation a été modifiée pour accélérer la réaction.

2.6.1 Procédure de carbonatation

La carbonatation s'effectue dans un incubateur hermétique dans lequel sont placés les granulats et une solution saline permettant le contrôle de l'humidité relative. L'incubateur permet le contrôle de la température et de la concentration en CO_2. La figure 36 représente schéma de principe de l'incubateur.

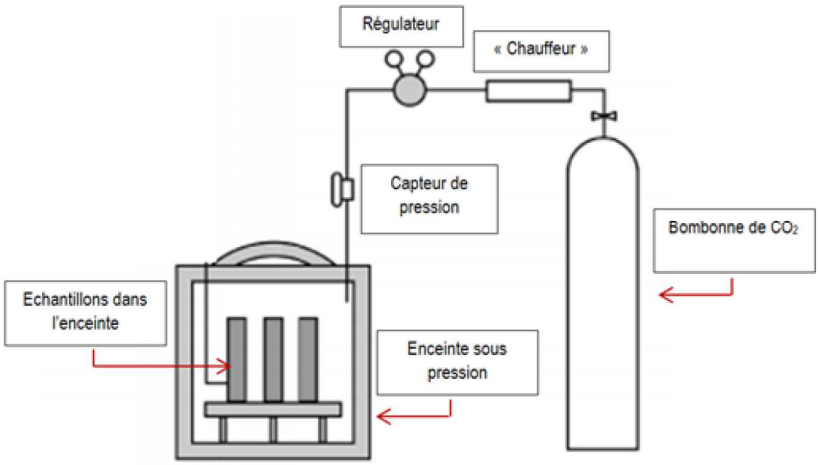


Figure 36 Schéma de principe de l'incubateur

La carbonatation se produit avec une humidité relative comprise entre 40% et 80%. L'humidité relative dans les incubateurs est fixée entre 50 et 60% à l'aide d'un bain de solution saline. Comme la vitesse de carbonatation est dépendante de la température, des essais à 22° C et à 39° C sont réalisés [99]. Enfin, deux types de GBR différents sont carbonatés, les GBR ELOY et les GBR de laboratoire, afin de comparer leur cinétique de prise, les GBR Eloy étant probablement déjà en partie carbonatés naturellement [31].

Lors des essais de mesure de la prise de masse en fonction du temps, l'humidité des essais de carbonatation n'est pas stable à cause de l'ouverture fréquente de la porte de l'incubateur renouvelant l'air dans ce dernier.

Le tableau 23 résume les différents essais de carbonatation réalisés avant de carbonater l'ensemble des granulats pour les essais de réactivité aux alcalins :

Granulats	CO_2	Température	Humidité relative	Temps d'incubation
GBR ELOY	3 %	22° C	55 à 65%	242 heures
GBR BO-D-VN	3 %	22° C	55 à 65%	142 heures
GBR BO-D-VN	3 %	39° C	50 à 60%	71 heures

Tableau 23 Caractéristiques des différents essais de carbonatation

L'objectif de ces essais est de prédire le temps de carbonatation nécessaire pour carbonater totalement les granulats et de déterminer le meilleur couple de carbonatation, humidité relative / température à 3% de CO_2. Le mode opératoire du suivi de la carbonatation est le suivi par prise de masse en fonction du temps. A la fin de l'essai de carbonatation, une mesure qualitative à la phénolphtaléine est réalisée.

Les résultats de ces essais sont disponibles dans la partie dédiée aux résultats et sont peu satisfaisants. Ils ont conduit à carbonater l'ensemble des granulats à 60% d'humidité relative, 39° C et 20% de teneur en CO_2 dans deux incubateurs pendant 11 jours (voir figure 37). La température de 39° C a été choisie car la littérature indique qu'en dessous de 60° C, l'augmentation de température est toujours favorable à l'augmentation de la vitesse de carbonatation et que les incubateurs à disposition sont limités à cette température maximale. Enfin, la concentration en CO_2 a été augmentée à la teneur maximum permise par les incubateurs, soit 20%, afin d'accélérer la carbonatation.

Figure 37 Incubateurs gauche et droit utilisés pour la carbonatation

Les résultats de ces essais ont été suivis par une mesure initiale de masse et une mesure finale des granulats et de la solution saline, des essais à la phénolphtaléine et des essais par thermogravimétrie.

2.6.2 Mesure quantitative par suivi de masse

La mesure par suivi de masse consiste en la pesée des plateaux de granulats et de la solution saline à plusieurs moments pendant la carbonatation et l'application de l'équation (10) établie par Monkman.

La cinétique de la carbonatation étant proportionnelle à la racine carrée du temps, les prises de masses ont été réalisées avec une fréquence plus élevée au début de la carbonatation. Typiquement, nous avons essayé de réaliser une mesure aux temps 0h, 1h, 3h, 6h, 18h, 48h, 72h. Ces temps n'ont pas toujours été respectés notamment à cause de périodes de congés.

A cause des contraintes de temps, la masse sèche des granulats n'a pas été déterminée et l'équation (18) a été utilisée pour déterminer l'ordre de grandeur de prise de masse des granulats :

$$\Delta Masse = \frac{Masse\ après\ carbonatation + Pertes\ d'eau - Masse\ avant\ carbonatation}{Masse\ avant\ carbonatation} \quad (18)$$

Lorsque plusieurs granulats différents occupent l'incubateur, nous avons fait l'hypothèse que la masse de perte d'eau se répartit proportionnellement à la masse des différents granulats.

La composition du ciment permet, à l'aide de la formule de Steinour, de déterminer le potentiel de carbonatation des granulats recyclés fabriqués au laboratoire. D'après l'équation (13), $CO_{2\ max}$ = 52,03% et la masse de ciment représente 16,61% de la masse du béton d'origine. Il en découle qu'une augmentation maximale de 8,64% (16,61%*52,03%) de la masse des granulats peut être attendue si l'on fait l'hypothèse que la proportion de ciment reste identique pour les granulats recyclés par rapport au béton d'origine. Le potentiel de carbonatation sera aussi estimé à l'aide de mesures de teneur en PDC réalisées sur les sables recyclés.

Une étude quantitative par thermogravimétrie permet de confirmer les résultats du suivi par prise de masse.

2.6.3 Mesure qualitative à la phénolphtaléine

Deux méthodes ont permis d'estimer le degré de carbonatation des granulats :

1. Broyage des granulats et pulvérisation de phénolphtaléine sur le sable obtenu ;
2. Fendage d'un gros granulat en deux et pulvérisation de phénolphtaléine sur la face mise au jour.

La première méthode permet simplement de voir si un virage de couleur de la phénolphtaléine se produit, la seconde permet de mettre en évidence le front de carbonatation dans les gros granulats.

2.6.4 Mesure quantitative par thermogravimétrie

La mesure par thermogravimétrie permet de mesurer la perte de masse d'un matériau en fonction de la température. La température de décomposition du matériau permet de déduire la nature de cet élément. La perte de masse permet quant à elle de mesurer sa quantité dans l' échantillon. La portlandite se décompose usuellement entre 380° C et 500° C selon l'équation (19) :

$$Ca(OH)_2 \leftrightarrow CaO + H_2O \quad (19)$$

La perte de masse qui est mesurée est celle de l'eau s'échappant du matériau par la déshydroxylation de la portlandite. La masse molaire de la portlandite étant égale à 74g/mol, et celle de l'eau valant 18g/mol, on peut déduire la masse de portlandite par l'équation (20) :

$$masse\ Ca(OH)_2 = \frac{74}{18} * masse\ H_2O \quad (20)$$

Le protocole de mesure est le suivant :

1. Prélever un échantillon de 100g de granulats ;
2. Sécher les granulats à l'étuve à 105° C jusqu'à masse constante ;
3. Broyer les granulats jusqu'à l'obtention d'une poudre avec moins de 5% de refus sur un tamis de 200 µm ;
4. Prélever 250mg de matériaux et les introduire dans le creuset de l'appareil.

L'appareil donne une mesure de masse par degré de température. Le protocole consiste à augmenter la température de 25° C à 1000° C avec de l'azote comme gaz de protection injecté au débit de 80 ml/minutes.

2.7 Absorption d'eau et masse volumique

Les absorptions d'eau et les mesures des masses volumiques sont réalisées suivant les sections 8 et 9 de la norme EN 1097-6 « Méthode au pycnomètre » [120].

2.7.1 Procédure

Les granulats sont tout d'abord lavés en retenant, à l'aide d'un tamis, les fractions granulaires supérieures à 0,063 mm pour les sables et supérieures à 4 mm pour les gravillons. Les granulats sont ensuite séchés dans une étuve jusqu'à l'obtention d'une masse constante de granulats.

Dans un environnement à 20° C et avec de l'eau potable à la même température, il faut remplir le pycnomètre et ajouter les gravillons ou le sable suivant les quantités exprimées dans le tableau 24 :

Dimension maximale des granulats	Masse minimale de la prise d'essais
31,5	5 kg
16	2 kg
8	1 kg
Sable < 4mm	1 kg

Tableau 24 Masse minimale de prise d'essai pour les granulats

Il faut ensuite faire tourner et osciller le pycnomètre pour éliminer l'air occlus entre les grains, puis le remplir à nouveau d'eau. Enfin, il convient de le conserver 24h dans un bain d'eau à 20° C.

A l'issue de l'immersion, le pycnomètre est à nouveau vidé de l'air occlus par rotation et inclinaison tel que sur la figure 38 gauche. Sa masse M2 est mesurée. Le pycnomètre est ensuite vidé, puis rempli uniquement d'eau et sa masse M3 est mesurée.

La suite de la procédure diffère suivant la taille des grains , l'objectif étant d'obtenir des granulats à l'état SSS. En ce qui concerne les gravillons, ils sont étendus sur un chiffon absorbant et laissés à l'air libre jusqu'à ce que la pellicule d'eau autour des grains disparaisse, les granulats gardant toutefois un aspect humide.

Les sables sont quant à eux séchés au sèche-cheveux, le dispositif de séchage est visible sur la partie droite de la figure 38. L'état SSS est déterminé par un essai au cône.

Figure 38 A gauche, pycnomètre vidé de tout air occlus, à droite, dispositif de séchage des sables

Un moule tronconique est rempli de sable et tassé 25 fois à l'aide d'un pilon. En soulevant le moule, la forme du tas de sable obtenu indique l'état de saturation en eau du sable visible sur la figure 39.

Figure 39 Retrait du moule tronconique indiquant l'état SSS du sable

Lorsque l'état SSS est atteint, la masse M1 de l'échantillon est pesée, puis ce dernier est placé dans une étuve ventilée à 110° C jusqu'à l'obtention de la masse M4 constante.

Dans ce travail de fin d'études, l'absorption des sables servant à la formulation des mortiers a été mesurée sans lavage supplémentaire par rapport à celui défini par Adams. De ce fait, les sables incluent une certaine quantité de fines. Pour limiter les pertes de ces fines, les pycnomètres sont entièrement vidés dans un grand plateau et l'eau est retirée à l'aide d'une pipette après décantation des fines au fond du plateau.

2.7.2 Absorption

Le coefficient d'absorption d'eau après immersion pendant 24h est déterminé par l'équation (21) :

$$WA_{24} = \frac{100 * (M1 - M4)}{M4} \quad (21)$$

2.7.3 Masse volumique réelle

La masse volumique réelle est calculée suivant l'équation (22) :

$$\rho_{rd} = \frac{M4}{M1 - (M2 - M3)} \quad (22)$$

2.8 Teneur en alcalins solubles

Des mesures de teneur en alcalins solubles ont été réalisées. Afin de déterminer la quantité d'alcalins introduits dans le mortier, 20g de granulats ont été réunis en suivant la courbe granulométrique reconstituée des mortiers.

La prise d'essai pour 20g de granulats est composée suivant le tableau 25 :

Tamis (mm)	2,36/5	1,25/2,36	0,63/1,25	0,315/0,63	0,15/0,315
Masse (g)	6,56	4,44	5	2	2

Tableau 25 Masses de prise d'essai de teneur en alcalins des sables

La prise d'essai, de masse proportionnelle aux quantités de sables utilisés pour préparer les mortiers, permet de connaître la quantité d'alcalins ajoutés aux mortiers. Les essais de teneur en alcalins n'ont pas été pris en compte pour la formulation des mortiers mais permettent d'interpréter les résultats.

La procédure est réalisée suivant la circulaire n° 42-3-06-05 (01) en application de la norme NBN EN 206-1 :

1. Broyer 20g de granulats séchés à l'étuve à 105° C ;
2. Tamiser l'échantillon broyé sur un tamis de 0,125 mm avec un refus inférieur à 5% de la masse de l'échantillon ;
3. Réunir et homogénéiser les refus et passants ;
4. Prélever 5g de l'échantillon et le peser à 0,01mg près et introduire la prise dans un bécher de 250 ml ;
5. Ajouter 50 ml d'eau distillée puis tout en agitant, ajouter 50 ml d'acide nitrique dilué 1 + 2 ;
6. La solution est chauffée jusqu'à ébullition. L'ébullition est maintenue pendant une minute ;

7. Introduire du $CaCO_3$ en excès et filtrer à froid ;
8. Laver le substrat avec de l'eau distillée portée à ébullition ;
9. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un jaugé de 200 ml et porter au trait à l'aide d'eau distillée ;
10. La quantité d'ions Na^+ et K^+ est mesurée par absorption atomique.

2.9 Teneur en pâte de ciment

La mesure de la teneur en PDC permet de quantifier la proportion de PDC dans les granulats et donc d'estimer le potentiel de carbonatation de ces granulats :

La procédure est la suivante :

1. Les granulats sont séchés à 105° C puis broyés afin qu'ils passent dans un tamis de 200 µm avec un refus inférieur à 5% ;
2. La poudre obtenue est conservée dans des éprouvettes hermétiques ;
3. La masse M1 de 0,5g de granulats broyés est prélevée et immergée dans une solution de 14g d'acide salicylique et 80 ml de méthanol et agitée pendant une heure ;
4. La fraction solide est filtrée dans un filtre en verre de pores 10-16 µm et lavée 4 fois au méthanol ;
5. Le résidu est séché à 70° C pendant 30 minutes et pesé (M2). [121]

La teneur en PDC est obtenue suivant l'équation (23) :

$$T_{pdc} = \frac{M1 - M2}{M1} \quad (23)$$

L'attaque à l'acide salicylique a été choisie car elle n'attaque pas les calcaires, contrairement à l'attaque à l'acide chloridrique. De plus, cette méthode s'applique sur les fractions fines des granulats, contrairement à l'attaque aux sulfates de sodium et les méthodes thermiques, qui s'effectuent sur les gravillons et déterminent la teneur en mortier et non en PDC. Toutefois, l'attaque à l'acide salicylique ne dissout pas la calcite [121].

Les résultats de Zhao montrent que l'attaque à l'acide salicylique d'un ciment CEM I 52,5, comparable à celui utilisé dans ce travail de fin d'études permet la dissolution d'environ 80% de la PDC non carbonatée [121].

La quantité limitée de matériaux disponibles pour réaliser ces essais a conduit à faire l'hypothèse que les matériaux qui ont subi les mêmes broyages et les mêmes pré-traitements ont les mêmes teneurs en PDC.

Les essais sont réalisés sur la fraction 2,36-5 des sables pour mortier et sur un échantillon recomposant la courbe granulaire des mortiers, la fraction 2,36-5 étant largement disponible pour les essais et aussi la moins susceptible de se carbonater naturellement.

Chapitre 4 : Résultats

1 Teneur en pâte de ciment

Le détail des mesures de teneur en PDC sont disponibles dans l'annexe 4.

Granulats	Teneur en PDC	Fraction mesurée	Teneur en PDC	Fraction mesurée
GBR-T-ND-RN	10,33%	Fraction recomposée	9,03%	2,36-5
GBR-T-D-RN	10,33%*	Fraction recomposée par déduction	8,78%	2,36-5
GBR-T-D-RA	16,30%	Fraction recomposée	13,70%	2,36-5
GBR-T-ND-L	16,30%*	Fraction recomposée par déduction	11,41%	2,36-5
GBR-T-ND-RN-C	7,56%*	Fraction recomposée par déduction	8,81%	2,36-5
GBR-T-D-RN-C	7,56%	Fraction recomposée	5,35%	2,36-5
GBR-T-D-RA-C	7,56%*	Fraction recomposée par déduction	6,99%	2,36-5
GBR-ELOY	9,15%	Fraction recomposée	6,98%	2,36-5
GBR-ELOY-C	6,09%	Fraction recomposée	6,09%	2,36-5
GBR-T-D-RN	22,81%	0-4		

Tableau 26 Valeurs de teneurs en PDC des différents granulats

A cause du manque de matériaux, la teneur en PDC du GBR-T-D-RN a été déduite de celle du GBR-T-ND-RN. Celle des GBR-T-ND-RN-C et GBR-T-D-RA-C a été déduite de celle du GBR-T-D-C et enfin, celle du GBR-T-ND-L a été déduite du GBR-T-D-RA, car tous ces GBR ont subi les mêmes procédures de broyage et ont les mêmes états de carbonatation.

Une mesure supplémentaire a été réalisée sur la fraction 0-4 de sables recyclés qui est éliminée lors du broyage des prisme de béton sous forme de GBR.

2 Teneur en alcalins solubles

Le tableau 27 montre les mesures de teneur en PDC. Les résultats mettent en avant l'effet du dopage du béton sur la teneur en alcalins solubles. L'apport d'alcalins des GBR dopés est inférieur à celui estimé par la valeur théorique calculée pour le gâchage des mortiers.

Matériaux	Na_2O	K_2O	Na_2O_{eq}	Na_2O_{eq} (kg/m^3)
GBR-T non dopés	0,045 %	0,111 %	0,118 %	2,82
GBR-T dopés	0,073 %	0,115 %	0,149 %	3,57
T	0,035 %	0,081 %	0,088 %	2,1

Tableau 27 Mesure des teneurs en alcalins solubles des GBR et des granulats naturels

3 Carbonatation

3.1 Essais de carbonatation

Le détail des suivis de masse des essais de carbonatation est disponible dans l'annexe 5.

3.1.1 GBR Eloy

Figure 40 Essai à la phénolphtaléine des GBR Eloy avant carbonatation

La figure 40 montrant l'essai à la phénolphtaléine sur les GBR Eloy indique que ceux-ci ont déjà subi une carbonatation naturelle de certains bétons d'origine visible sur les photos de gauche et de droite. La photo centrale montre que tout le GBR n'est pas carbonaté.

Figure 41 Essais à la phénolphtaléine sur les GBR Eloy après essai de carbonatation

La photographie de la figure 41 prise après essai de carbonatation ne montre pas un effet significatif de la méthode de carbonatation. Certains gravillons provoquent toujours un virage de couleur.

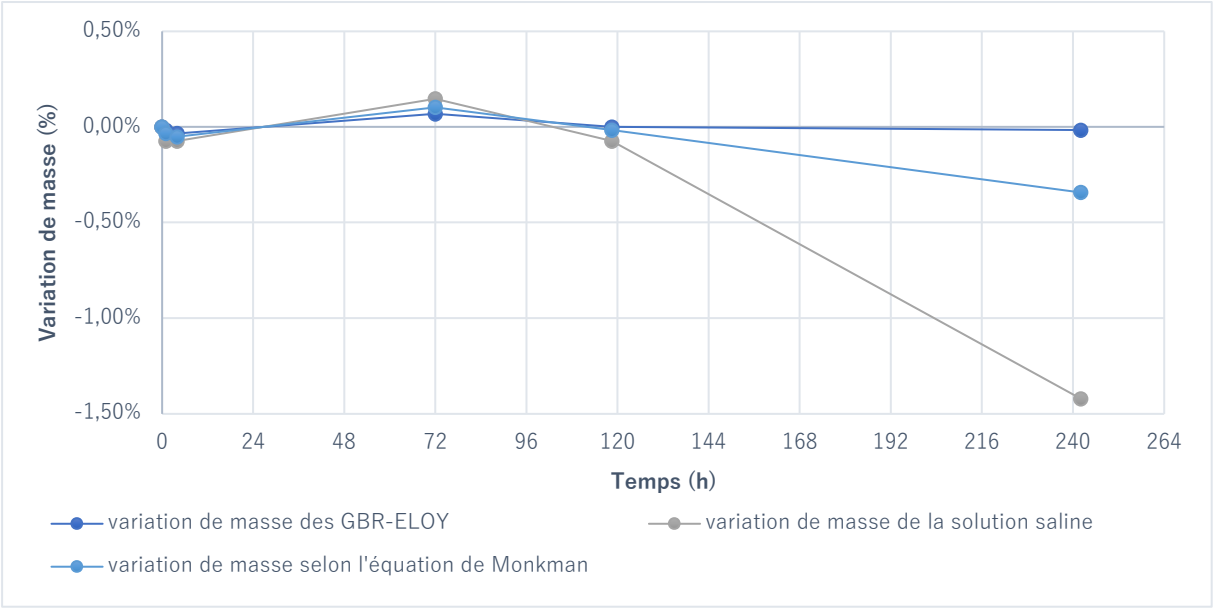


Figure 42 suivi de masse de l'essai de carbonatation des GBR-ELOY à 3% de teneur en CO_2 et 22° C

Les essais de carbonatation sur le GBR Eloy ne sont pas concluants : la figure 42 montre que la masse de CO_2 absorbée selon l'équation de Monkman est négative et la seule prise de masse des granulats est très faible.

3.1.2 GBR-T

Les GBR-T ne sont pas naturellement carbonatés avant l'essai de carbonatation forcée. La figure 43 montre l'essai à la phénolphtaléine réalisé après un essai de carbonatation forcé :

Figure 43 Essai à la phénolphtaléine sur des GBR-T après carbonatation à 3% de CO_2 et 22° C

L'essai à la phénolphtaléine n'est pas concluant vis-à-vis de la carbonatation car après broyage, le sable obtenu provoque toujours un virage de couleur important.

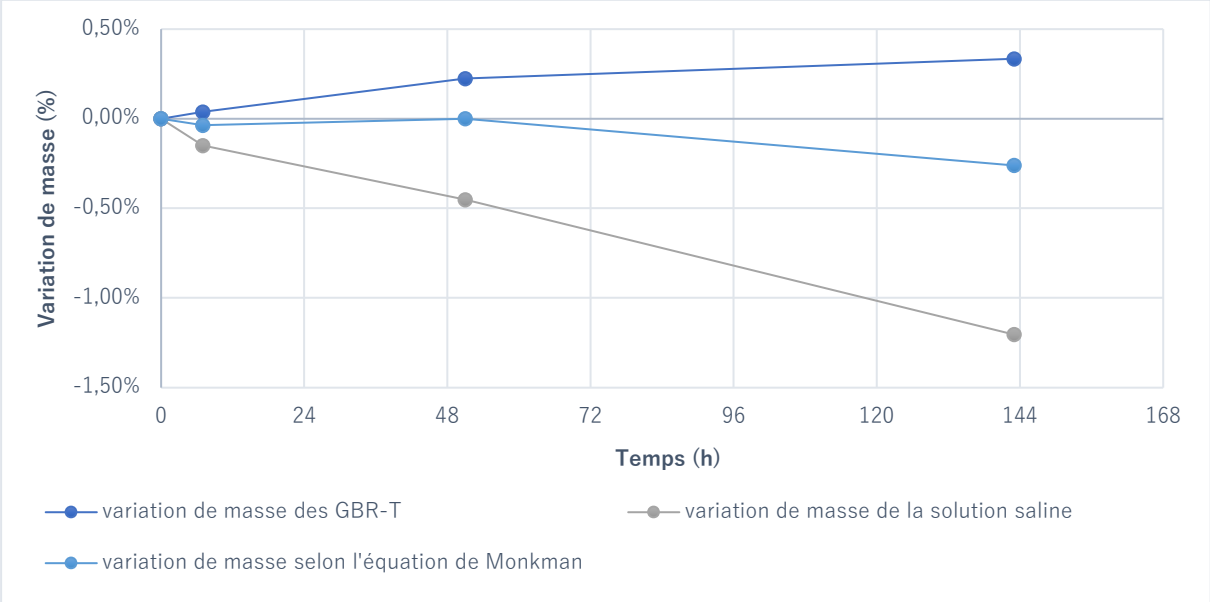


Figure 44 Suivi de masse de l'essai de carbonatation des GBR-T à 3% de teneur en CO_2 et 22° C

Le suivi de prise de masse des GBR-T n'est pas concluant : la figure 44 montre que la masse de CO_2 absorbée selon l'équation de Monkman est négative, la seule prise de masse des GBR-T est faible, elle est, toutefois, supérieure à celle des GBR-ELOY.

L'essai à 3% de CO_2 et 39° C semble quant à lui indiquer un très fin front de carbonatation dans un gros gravillon, visible sur la figure 45 grâce à l'essai à la phénolphtaléine :

Figure 45 Essai à la phénolphtaléine sur des GBR-T après carbonatation à 3% de CO_2 et 39° C

La figure 46 montre le suivi de masse de l'essai de carbonatation à 3% de teneur en CO_2 et 39° C. Les courbes montrent toujours une perte significative d'eau et donc une prise de CO_2 négative, ce qui n'est pas prévu. La seule masse des granulats a toutefois augmenté durant cet essai. La prise de masse des seuls gravillons de cet essai à atteint un niveau supérieur à celui de l'essai précédent à 22° C et ce, en deux fois moins de temps.

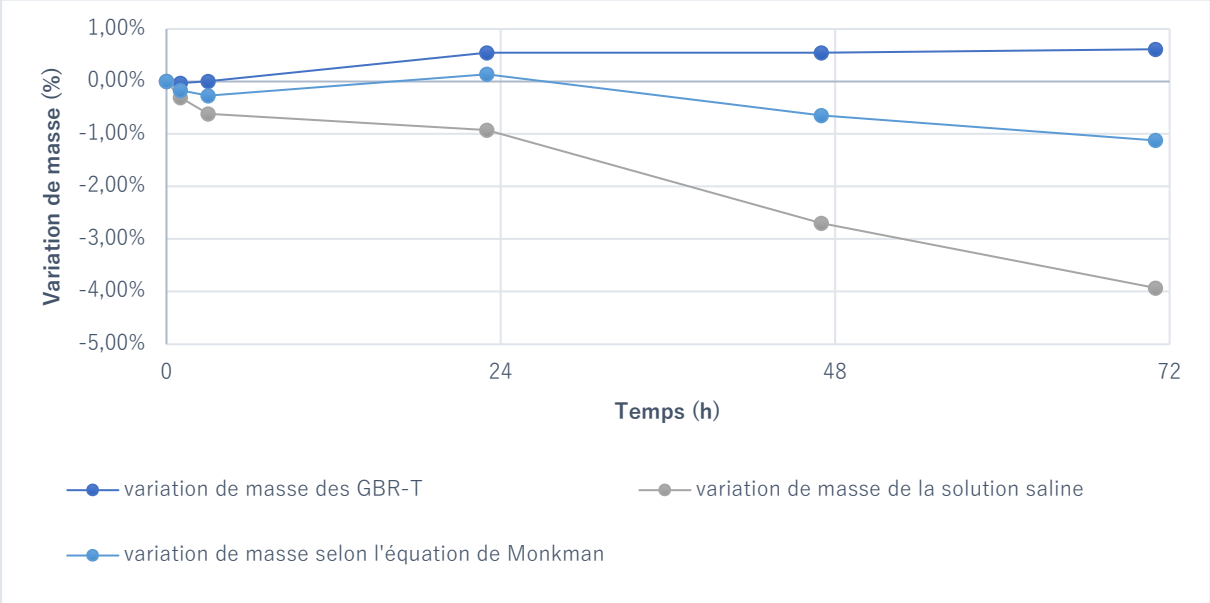


Figure 46 Suivi de masse de l'essai de carbonatation des GBR-T à 3% de teneur en CO_2 et 39° C

L'ensemble des résultats des essais de carbonatation sont peu cohérents avec la littérature : la masse de la solution diminue sans augmentation de la masse des granulats indiquant une perte de l'eau. Les contrôles de sécurité menés par la suite sur l'incubateur n'ont pas émis de doute sur la bonne étanchéité de ce dernier. L'hypothèse d'une erreur de manipulation durant ces essais peut être émise à cause du refroidisseur mal réglé ayant mené à de la condensation d'eau dans l'incubateur.

Ces trois essais ont conduit à augmenter le taux de CO_2 dans les incubateurs.

3.2 Carbonatation sur 11 jours

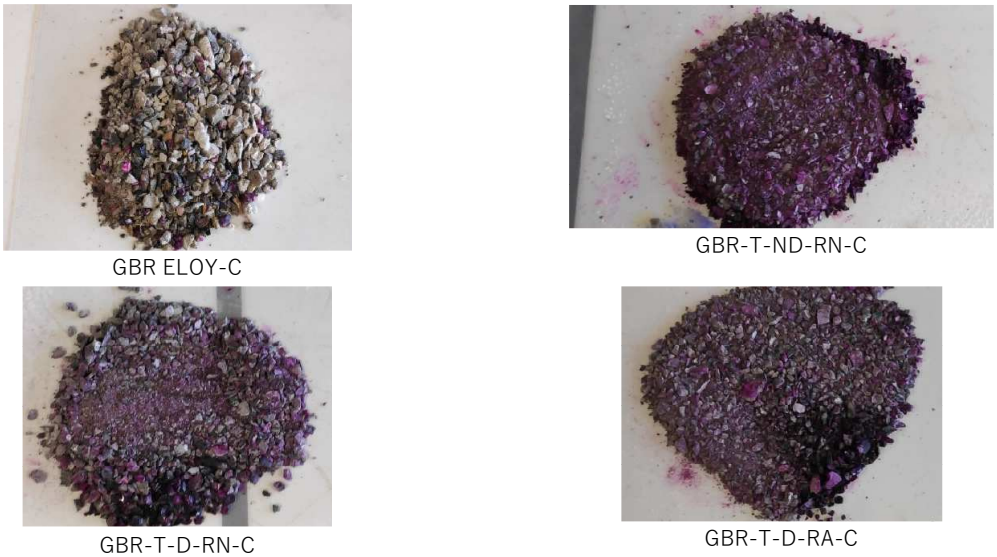
3.2.1 Prise de masse

Granulats	Incubateur	Prise de masse
GBR-ELOY-C	Gauche	0,18%
GBR-ELOY-C	Droit	0,46%
GBR-T-ND-RN-C	Gauche	0,54%
GBR-T-ND-RN-C	Droit	1,28%
GBR-T-D-RN-C	Gauche	0,81%
GBR-T-D-RN-C	Droit	1,55%
GBR-T-D-RA-C	Gauche	1,21%
GBR-T-D-RA-C	Droit	2,10%

Tableau 28 Mesure de prise de masse selon l'équation (10)

Deux incubateurs ont été utilisés pour la carbonatation des échantillons. Les valeurs de prise de masse de chaque incubateur sont disponibles dans le tableau 28. Celui de droite, ne présentant pas le défaut de perte d'eau, permettra d'évaluer le degré de carbonatation.

3.2.2 Phénolphtaléine



GBR ELOY-C

GBR-T-ND-RN-C

GBR-T-D-RN-C

GBR-T-D-RA-C

Figure 47 Essai à la phénolphtaléine sur les granulats carbonatés

Les essais à la phénolphtaléine de la figure 47 ne montrent pas un état de carbonatation avancé.

3.2.3 *Mesures par thermogravimétrie*

A cause des contraintes de temps, l'ensemble des mesures n'ont pas été réalisées avant le dépôt de ce travail. Les résultats complémentaires seront présentés lors de la défense orale de ce mémoire.

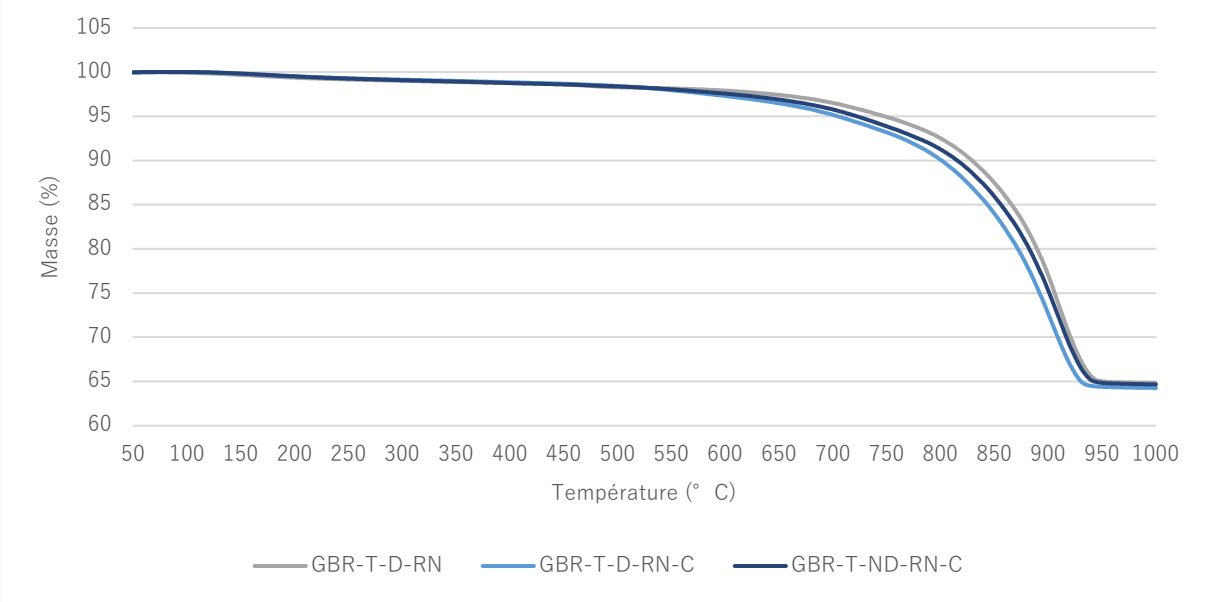


Figure 48 Courbe ATG des GBR-T-D-RN, GBR-T-D-C et GBR-T-ND-C

La figure 48 permet le calcul par la méthode des tangentes parallèles. Toutefois, cette méthode sera difficilement applicable pour les GBR carbonatés. On observe ici l'importance de la perte de masse que représente le carbonate de calcium dans tous les GBR. Ce dernier qui se décompose majoritairement entre 600 et 900° C.

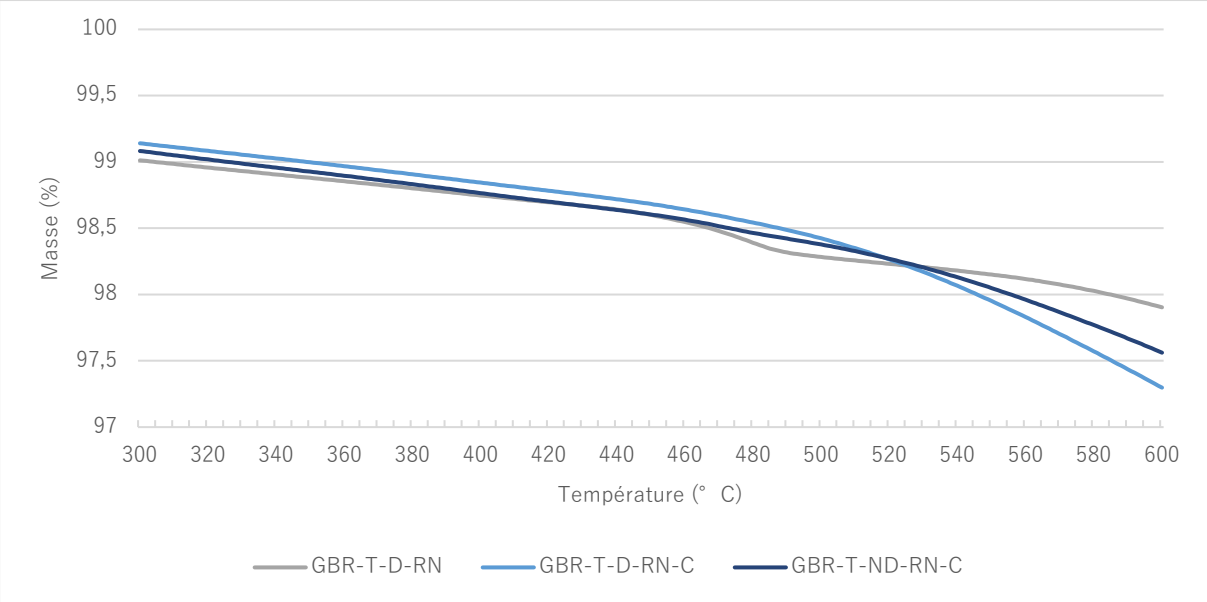


Figure 49 Courbe ATG des GBR zoomée sur la zone de décomposition de la portlandite

Le zoom de la figure 48 réalisé à la figure 49 permet d'observer la décomposition de la portlandite des différents GBR. On remarque que la perte de masse est plus nette pour le GBR non carbonaté que pour les deux GBR carbonatés.

Les courbes des DTG des figures 50 et 51 sont représentées avec une moyenne glissante sur 3 valeurs afin de lisser les aspérités des mesures.

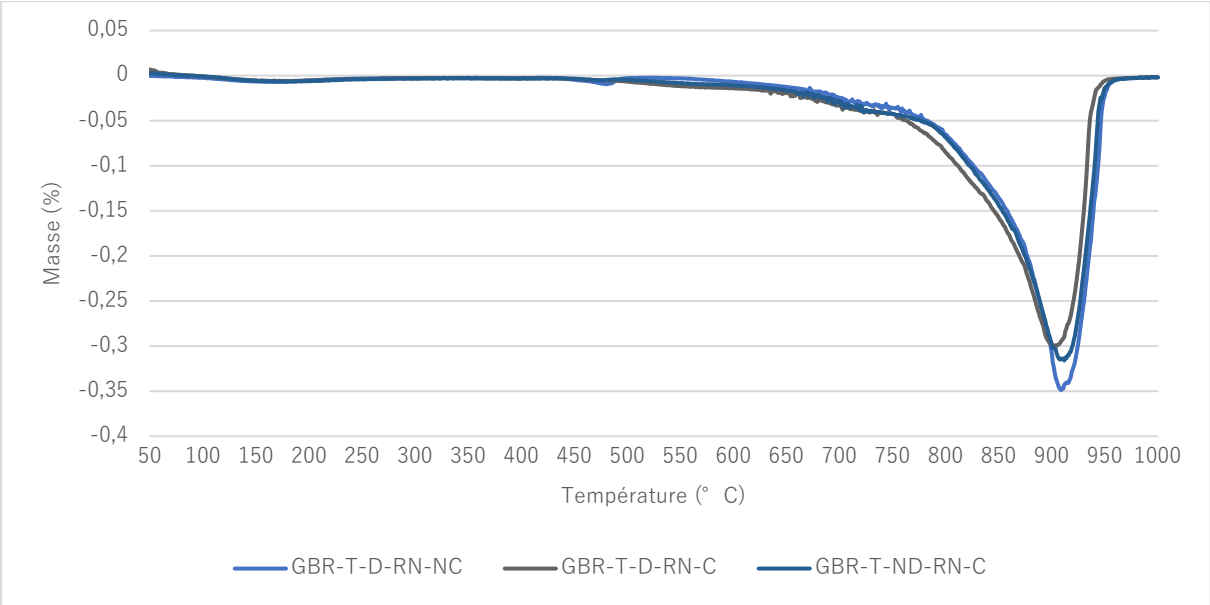


Figure 50 Courbe DTG des GBR-T-D-RN, GBR-T-D-RN-C et GBR-T-ND-RN-C

La figure 50 permet le calcul par la méthode des aires. Contrairement à la méthode des tangentes parallèles, elle semble applicable aux GBR-T-D-RN et GBR-ND-RN-C qui présentent un pic de décomposition de la portlandite visible sur la figure 51.

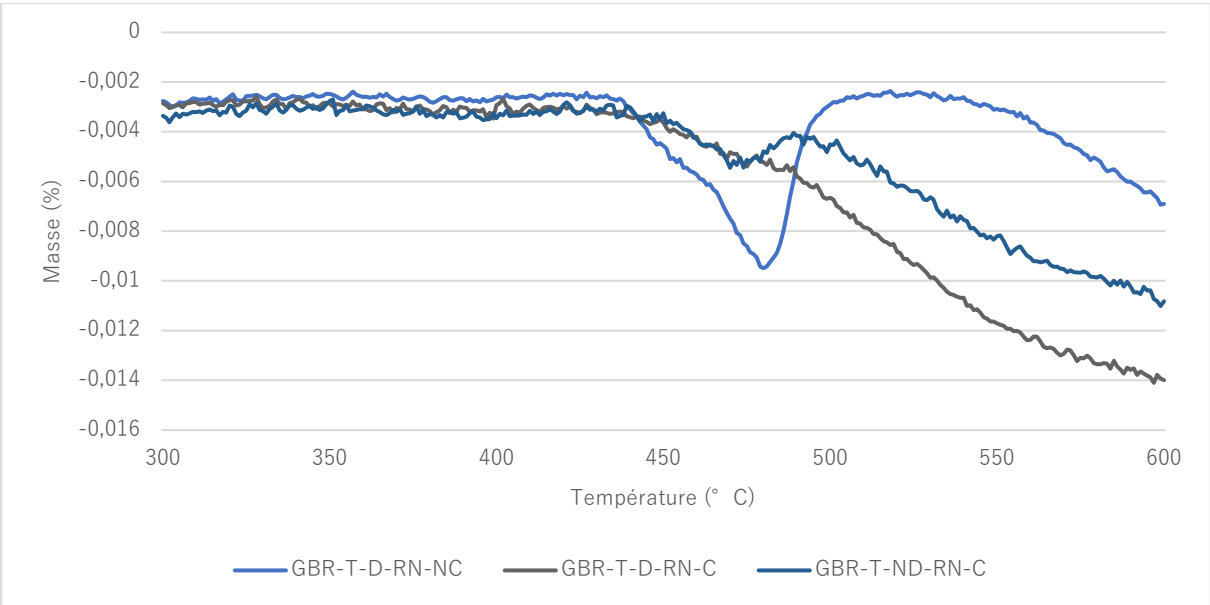


Figure 51 DTG des GBR zoomée sur la zone de décomposition de la portlandite

Par la méthode des aires, on calcule les quantités d'eau perdue de 0,18% pour le GBR-T-D-RN et de 0,02% pour le GBR-T-ND-RN-C. La perte d'eau du GBR-T-D-RN-C n'a pas pu être estimée à cause de l'absence de pic de décomposition de la portlandite.

Par l'équation (20), on détermine la part de portlandite dans le GBR soit 0,74% dans le GBR-T-D-RN et 0,08% dans le GBR-T-ND-RN-C.

4 Absorption et masse volumique

Le détail des mesures d'absorption d'eau et de masses volumiques sont disponibles dans les annexes 6 et 7.

4.1 Granulats naturels

Fraction granulaire	Masse volumique selon le producteur (kg/m³)	Absorption selon le producteur	ρ_{rd} (kg/m³)	WA_{24}
0/4	2677 (Non lavés)	0,3 % (Non lavés)	2594	0,66 %
2/6,3	2660	0,5 %	2636	0,83 %
6,3/14	2660	0,5 %	2659	0,71 %
14/20	2660	0,5 %	2626	0,57 %

Tableau 29 Absorption et masse volumique réelle des granulats naturels

Les mesures du tableau 29 sont cohérentes avec les informations transmises par le producteur.

4.2 Granulats recyclés

Les mesures du tableau 30 mettent en évidence l'influence de la porosité du mortier adhérent dans les granulats recyclés. Ces résultats indiquent en effet des valeurs d'absorption d'eau de l'ordre de 5% à 6%, ce qui est nettement supérieur à l'absorption d'eau des granulats naturels et est cohérent avec l'état de l'art. Par hypothèse, l'absorption d'eau des GBR-T-ND-RN-L est égale à celle des GBR-T-ND-RN.

Sables de GBR reconstitués suivant la norme NF P18-594	ρ_{rd} (kg/m^3)	WA_{24}
GBR-Eloy	2367	5,11 %
GBR-Eloy-C	2367	4.95 %
GBR-T-ND-RN	2374	5,28 %
GBR-T-D-RN	2376	5,47 %
GBR-T-D-RA	2258	6,91 %
GBR-T-ND-RN-C	2324	5,06 %
GBR-T-D-RN-C	2382	5,61 %
GBR-T-D-RA-C	2356	5,21 %
GBR-T-ND-RN-L	-	5,28 %

Tableau 30 Absorption d'eau et masse volumique réelle des granulats recyclés

5 Broyage

Granulats	Refus 5mm	2,36–5	1,25–2,36	0,63–1,25	0,315–0,63	0,150–0,315	Passant 0,150
GBR-ELOY	2,8 %	27,92 %	27,2 %	16,43 %	10,05 %	6,61 %	9,00 %
GBR-ELOY-C	0,1 %	34,39 %	22,7 %	14,15 %	10,34 %	6,94 %	11,38 %
GBR-T-ND-RN	0,5 %	19,62 %	26,00 %	21,68 %	11,18 %	7,69 %	10,48 %
GBR-T-D-RN	0,5 %	19,62 %	26,00 %	21,68 %	11,18 %	7,69 %	10,48 %
GBR-T-D-RA	0,72 %	36,47 %	26,31 %	16,06 %	9,36 %	5,54 %	5,54 %
GBR-T-ND-RN-C	0,42 %	37,59 %	26,44 %	15,93 %	9,18 %	5,40 %	5,04 %
GBR-T-D-RN-C	0,12 %	35,78 %	26,69 %	16,81 %	8,91 %	5,46 %	6,23 %
GBR-T-D-RA-C	0,20 %	39,07 %	26,52 %	15,16 %	8,61 %	4,79 %	5,64 %
GBR-T-ND-RN-L	0,45 %	39,17 %	26,67 %	15,31 %	8,51 %	4,51 %	5,38 %

Tableau 31 Granulométrie des granulats recyclés après broyage

Les résultats du broyage du tableau 31 montrent la limitation des pertes lors du broyage des granulats 4/20 en sables pour la composition des mortiers. Les pertes sont de 5,46% à 11,8% en dehors des fractions utilisées dans la composition des mortiers, essentiellement dans la fraction inférieure à 0,150mm.

Le broyage ne suit toutefois pas la courbe granulométrique des mortiers : les fractions les plus grossières sont généralement présentes en excès et les fractions les plus fines sont en quantité insuffisante. Il en découle que de grandes quantités de matériaux doivent être broyées pour obtenir les quantités suffisantes à la préparation des mortiers. Les pertes ont atteint jusqu'à 52% de la masse des matériaux.

6 Essais de gonflement sur mortiers

Le détail des essais de gonflement sur mortier sont disponibles dans l'annexe 8.

6.1 Essais contrôle

Granulats	Allongement (c/g = 0,5)	Allongement (c/g = 1,25)
T	0,52%	0,47%
T*	0,50%	-
T**	0,52%	0,47%

Tableau 32 Valeurs d'allongement des mortiers des essais contrôle

Les essais contrôle T* et T** du tableau 32 ont des allongements similaires et permettent de conclure que les erreurs méthodologiques réalisées ont eu un impact relativement faible sur l'allongement des mortiers.

6.2 Essais sur les bétons de laboratoire

6.2.1 Essais T , T et T** compilés*

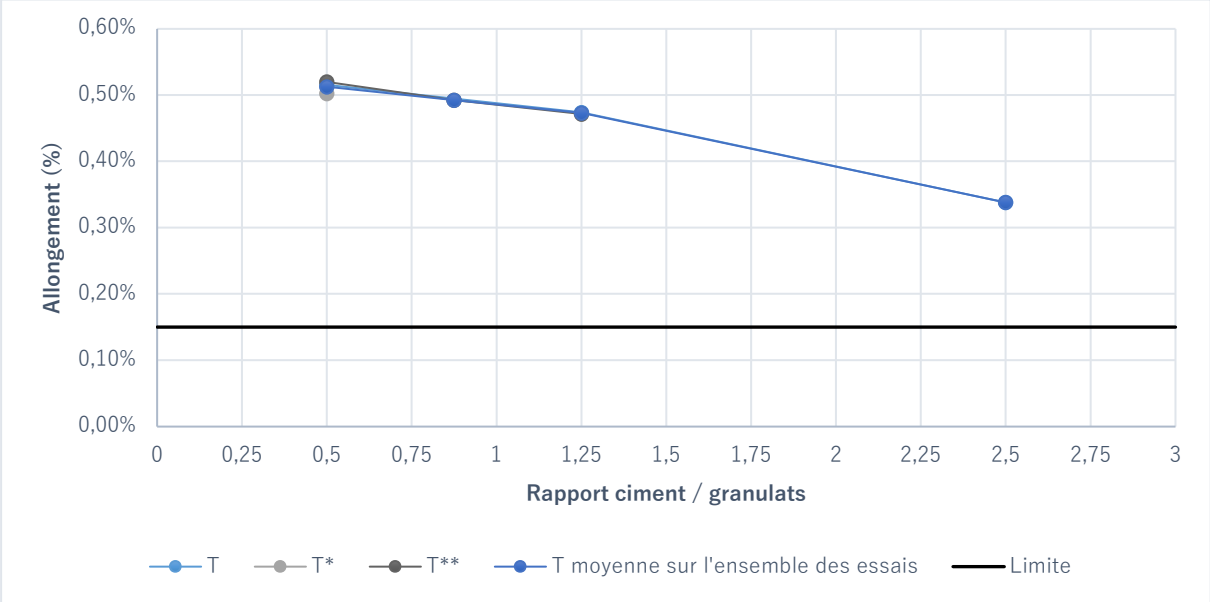


Figure 52 Allongement des mortier T, T* et T** compilés

Les résultats des essais classent les calcaires du Tournaisis comme potentiellement réactifs puisque la courbe de la figure 52 est décroissante et au moins un essai à un allongement de plus de 0,15%. Aucun effet pessimum n'as pu être mis en évidence avec ces essais.

Essais T, GBR-T-ND-RN, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RA

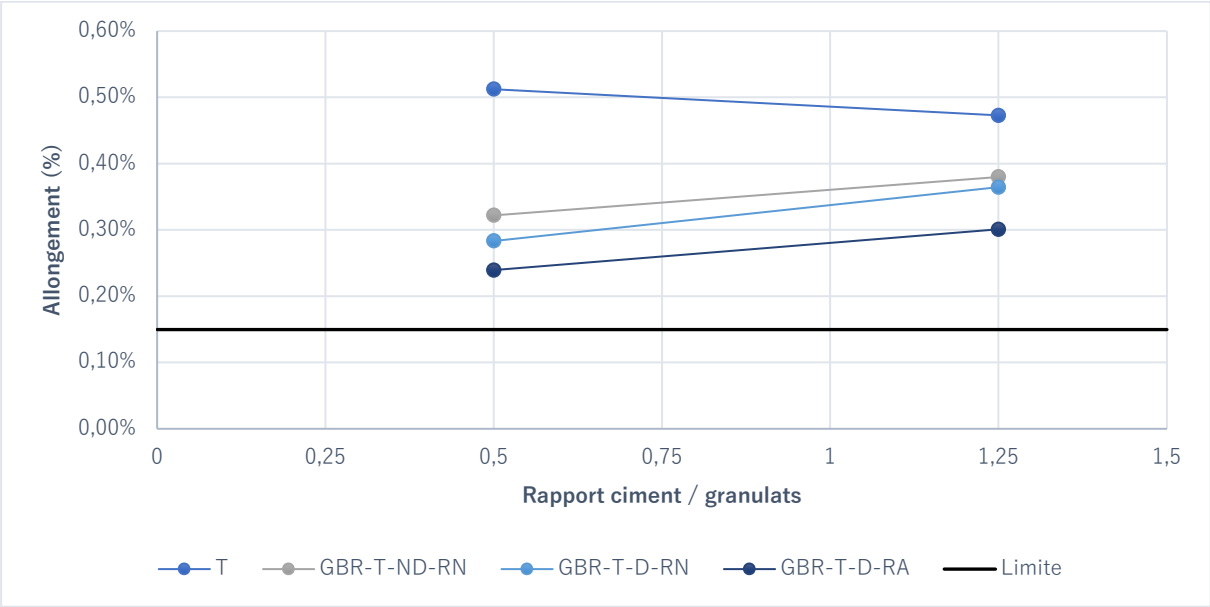


Figure 53 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RA

Les résultats des essais classent l'ensemble des GBR de laboratoire comme potentiellement réactifs à effet pessimum.

6.2.2 *Essais T, GBR-T-ND-RN-C, GBR-T-D-RN-C et GBR-T-D-RA-C*

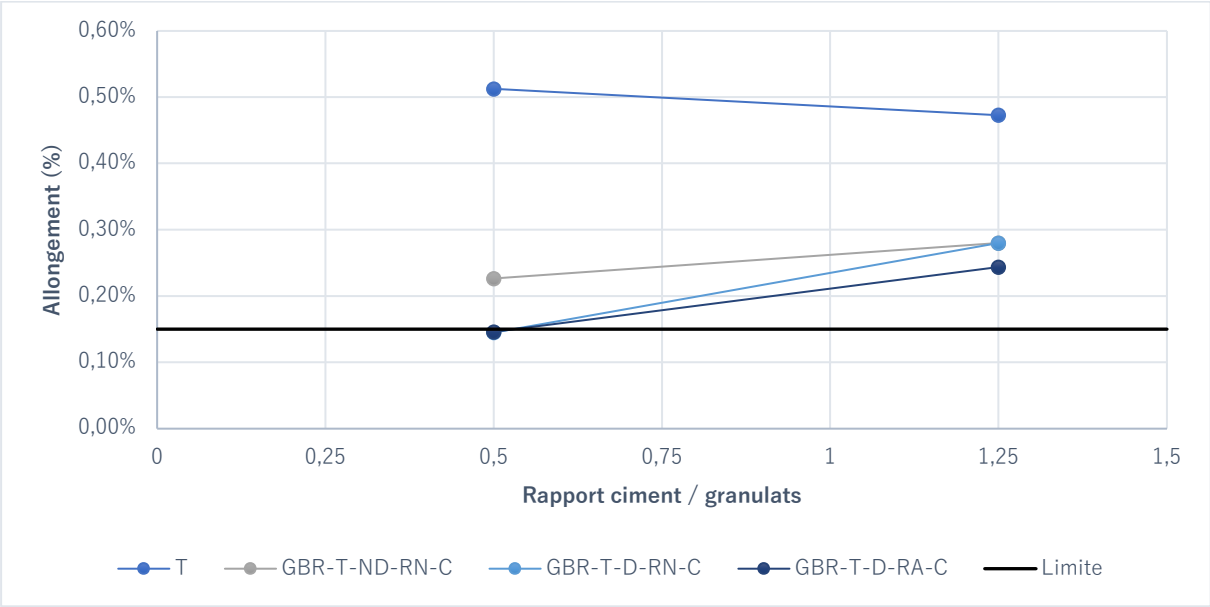


Figure 54 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN-C, GBR-T-D-RN-C et GBR-T-D-RA-C

Les GBR de laboratoire carbonaté sont eux aussi classés comme potentiellement réactifs à effet pessimum. L'effet de la carbonatation se marque en réduisant l'allongement des mortiers de GBR carbonatés par rapport aux GBR non carbonatés.

6.2.3 *Essais T, GBR-T-ND-RN et GBR-T-ND-RN-C*

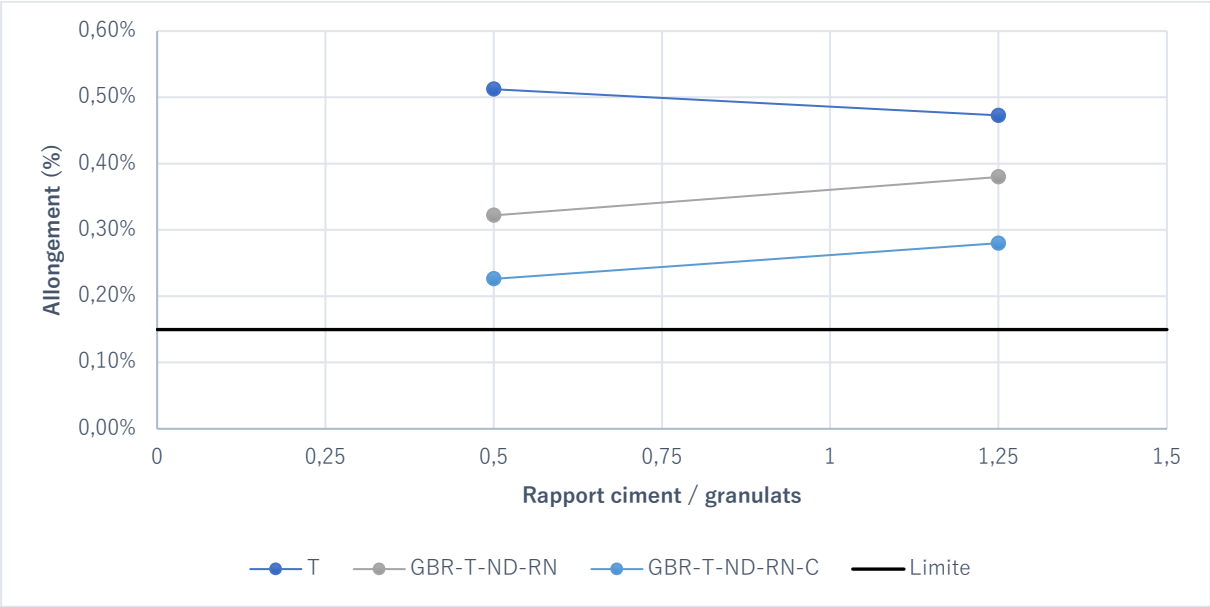


Figure 55 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN et GBR-T-ND-RN-C

La figure 55 montre que la carbonatation a réduit l'allongement des mortiers de 29,73% (0,1 point) pour un rapport C/G de 0,5 et de 26,32% (0,1 point) pour un rapport C/G de 1,25.

6.2.4 *Essais T, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RN-C*

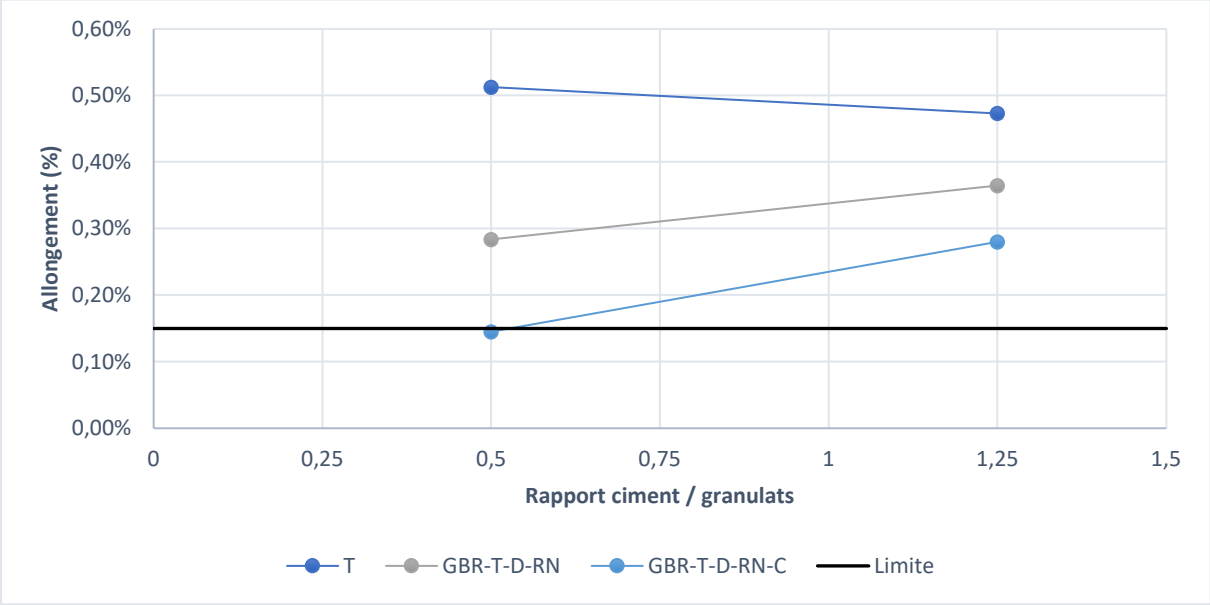


Figure 56 Allongement des mortiers, T, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RN-C

La figure 56 montre que la carbonatation a réduit l'allongement des mortiers de 48,87% (0,14 point) pour un rapport C/G de 0,5 et de 23,19% (0,08 point) pour un rapport C/G de 1,25.

6.2.5 *Essais T, GBR-T-D-RA et GBR-T-D-RA-C*

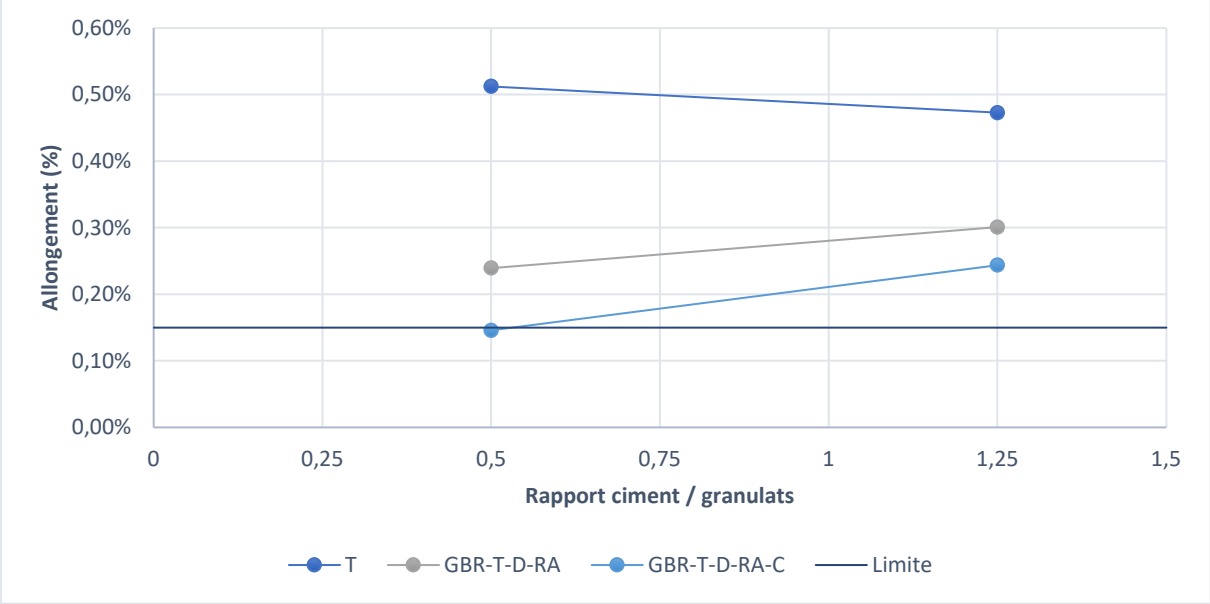


Figure 57 Allongement des mortiers, T, GBR-T-D-RA et GBR-T-D-RA-C

La figure 57 montre que la carbonatation a réduit l'allongement des mortiers de 39,07% (0,09 point) pour un rapport C/G de 0,5 et de 18,99% (0,06 point) pour un rapport C/G de 1,25.

6.2.6 *Essais T, GBR-T-ND-RN et GBR-T-ND-RN-L*

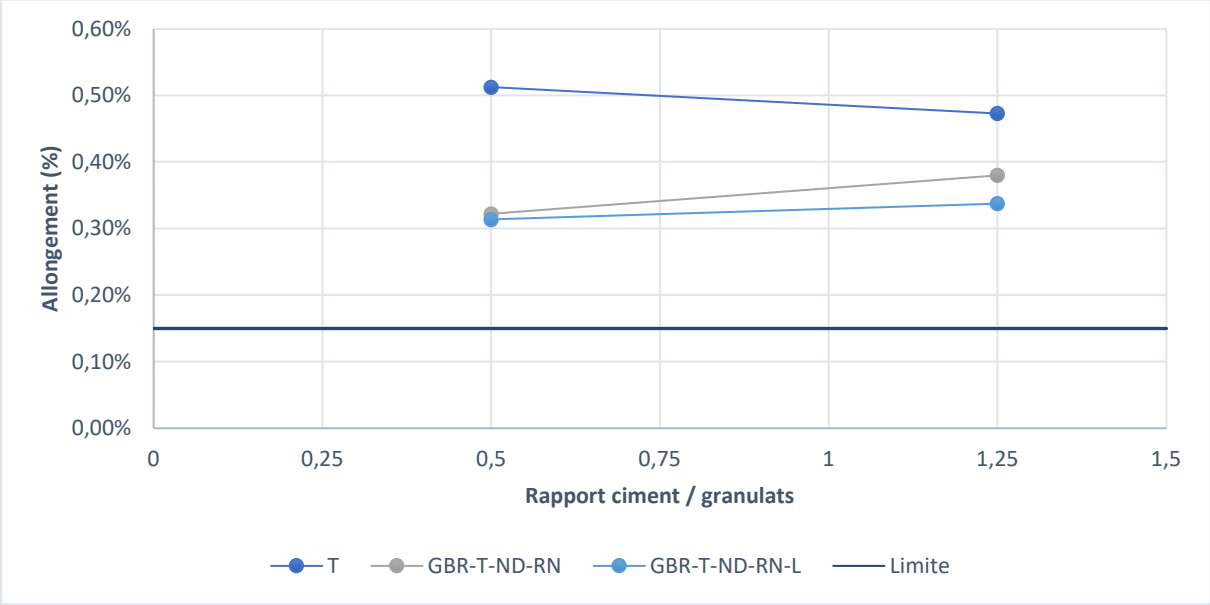


Figure 58 Allongement des mortiers, T, GBR-T-ND-RN et GBR-T-ND-RN-L

La figure 58 montre des expansions proches mais inférieures à celle du granulat non lavé, ce qui indique un effet du lavage. Toutefois, cet effet n'est pas aussi marqué que pour la carbonatation.

6.3 Essais sur les GBR Eloy

6.3.1 Essais GBR-Eloy et GBR-Eloy-C

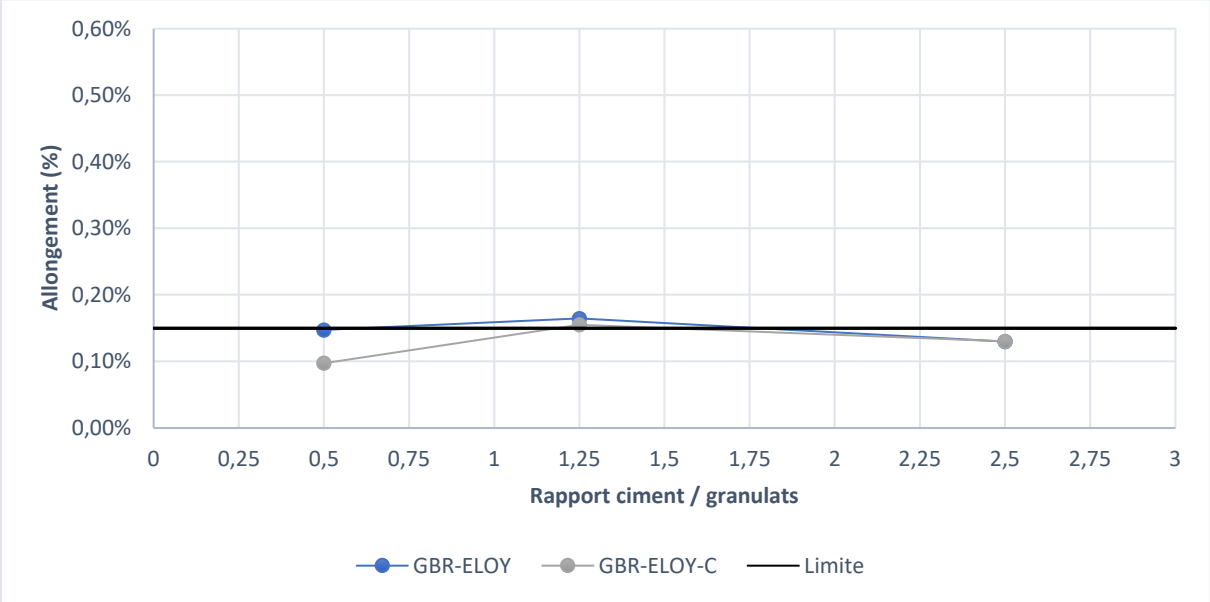


Figure 59 Allongement des mortiers, GBR-ELOY et GBR-ELOY-C

La figure 59 montre que la carbonatation a réduit l'allongement des mortiers de 33,82% (0,05 point) pour un rapport C/G de 0,5, de 5,64% (0,01 point) pour un rapport C/G de 1,25 et de 0,00% (0,00 point) pour un rapport c/g de 2,5.

6.4 Répétabilité des expériences

Essai	Allongement	Déviation standard
T-0.5	0,52 %	0,011 %
T-1,25	0,47 %	0,011 %
T**-0.5	0,52 %	0,004 %
T**-1.25	0,47 %	0,013 %
GBR-T-ND-C-0.5	0,22 %	0,007 %
GBR-T-ND-C-1.25	0,28 %	0,009 %
GBR-T-ND-C*-0.5	0,23 %	0,002 %
GBR-T-ND-C*-1.25	0,28 %	0,001 %
GBR-T-D-C-0.5	0,14 %	0,006 %
GBR-T-D-C-1.25	0,28 %	0,006 %
GBR-T-D-C*-0.5	0,15 %	0,002 %
GBR-T-D-C*-1.25	0,28 %	0,004 %

Tableau 33 Allongement et déviation standard des éprouvettes de mortier

Les résultats d'allongements des mortiers du tableau 33 montrent que sur une même gâchée, les éprouvettes ont toutes des allongements très proches et que l'écart entre deux gâchées identique est très faible. Ces écarts sont aussi visibles dans la figure 48 reprenant les essais T, T* et T**.

Chapitre 5: Discussion

1 Teneur en pâte de ciment

Les résultats des teneurs en PDC sont cohérents avec la littérature, avec des teneurs inférieures à celle de 16% présente dans le béton d'origine. La mesure réalisée sur la fraction de sable 0-4, qui est éliminée par tamisage manuel lors du broyage des prisme de béton pour obtenir des gravillons 4-20, montre bien qu'il est constitué de 23% et que les fines emportent la plus grande partie de la PDC lors du broyage. Cette fraction 0-4 correspond à un sable recyclé, et possède un teneur en PDC beaucoup plus élevée que les sables produits à partir des gravillons 4-20.

Le fait de ne procéder aux essais d'expansion que sur le gravillon broyé permet donc d'éviter en partie le biais que peux provoquer une grande différence de teneur en PDC entre les sables recyclés et les gravillons.

Les teneurs en PDC des granulats semblent être indépendantes des courbes granulométriques du broyage (cf. tableau 28), où les GBR-T-ND-RN et GBR-T-D-RN ont des proportions très différentes des autres GBR, notamment sur les fractions les plus grossière, tout en ayant des teneurs en PDC proches. A l'inverse, les GBR-T-D-RA et GBR-ND-RN-L ont des teneurs en PDC beaucoup plus importantes que tous les autres GBR alors que les courbes granulométriques obtenues après broyage sont proches des autres GBR.

Ces teneurs en PDC peuvent s'expliquer par le changement de mâchoires sur le concasseur du broyage de ces derniers GBR.

La teneur mesurée diminue sur les GBR carbonatés. Ceci s'explique par l'effet de la carbonatation qui consomme la portlandite pour produire de la calcite qui n'est pas soluble dans l'acide salicylique [121].

2 Teneur en alcalins solubles

Les mesures de teneur en alcalins solubles montrent que l'apport d'alcalins provenant du dopage a été surestimé. Il était prévu que le béton dopé apporte 5,023 kg/m^3 de Na_2O_{eq}, or l'essai sur GBR dopés a montré que cette valeur était de 3,57 kg/m^3 de Na_2O_{eq}. Cette différence s'explique par le fait que les alcalins dominent la solution des pores du béton et, par extension, celle des GBR. Or, comme le montrent les valeurs de teneur en PDC, le broyage élimine une partie de la PDC et élimine donc une partie des alcalins qu'il contient. De plus, le stockage des éprouvettes de béton dans les chambres humides a pu créer une première lixiviation des alcalins, de même que le lavage selon la méthode d'Adams, qui a aussi pu provoquer une lixiviation.

L'essai sur les GBR non dopés montre une teneur en alcalins relativement élevée, notamment avec une teneur en K_2O importante. L'essai sur les granulats calcaires du Tournaisis montre que cette teneur élevée en K_2O peut provenir des granulats. L'apport en alcalins des granulats n'est actuellement pas pris en compte dans les normes régissant les essais de réactivité.

L'apport des GBR dopés a été surestimé de 1,45 kg/m^3, menant les mortiers à être sur-alcalinisés à 3,88 % à la place de 4 %. Les résultats d'allongements des mortiers, indiquant que tous les mortiers de GBR dopés semblent être moins réactifs, peuvent être dû à cet écart de sur-alcalinisation des mortiers.

3 Carbonatation

3.1 Essais de carbonatation

Les valeurs des essais de carbonatation ont montré des résultats peu cohérents. La somme des masses des granulats et de la solution saline dans l'incubateur a diminué, sans raison apparente.

La masse des granulats a toutefois augmenté pendant ces essais, indiquant une carbonatation des granulats sans permettre de constater cette carbonatation par essai à la phénolphtaléine, quels que soient les granulats et la température de carbonatation. L'essai à la phénolphtaléine n'est toutefois pas le plus approprié pour des granulats car le broyage met au jour des faces internes du GBR qui peuvent ne pas être carbonatées. Cet essai est pertinent dans le cas où la carbonatation des GBR est totale, mais il montre ici que ce n'est pas le cas pour la carbonatation des GBR réalisée dans cette étude.

On note toutefois que la prise de masse des GBR ELOY est beaucoup plus faible et cohérente avec l'essai à la phénolphtaléine, ce qui indique une carbonatation naturelle avant le traitement par carbonatation forcée.

3.2 Carbonatation de 11 jours

3.2.1 Prise de masse

Le potentiel de carbonatation des GBR s'établit en fonction de leur teneur en PDC. Celle-ci n'a pas été mesurée directement sur les GBR 4-20 qui ont été carbonatés. Deux hypothèses peuvent être faites :

1. La teneur en PDC des GBR est identique à celle du béton d'origine.
2. La teneur en PDC des GBR 4-20 ne change pas pendant le second broyage.

Dans le premier cas, le potentiel de carbonatation correspond à une augmentation de masse de 8,64% (cf. Mesure quantitative par suivi de masse en page 62). Dans le second cas, la teneur en PDC des GBR non carbonatés est de 10,33%, et le potentiel de carbonatation du ciment seul est de

52% de sa masse. En faisant l'hypothèse que la teneur en PDC est égale à la masse de ciment sec, il peut être déduit un potentiel de carbonatation de 5,37% de la masse des granulats. Cette hypothèse surestime le potentiel de carbonatation réel des GBR car elle néglige le fait qu'une partie de la teneur en PDC provient de l'hydratation du ciment. Les estimations de degré de carbonatation sont disponibles dans le tableau 34 :

Granulats	Incubateur	Prise de masse	Degré de carbonatation selon formulation du béton	Degré de carbonatation selon la teneur en PDC
GBR-ELOY-C	Gauche	0,18 %	2,1 %	3,3 %
GBR-ELOY-C	Droit	0,46 %	5,3 %	8,6 %
GBR-T-ND-RN-C	Gauche	0,54 %	6,3 %	10,1 %
GBR-T-ND-RN-C	Droit	1,28 %	14,9 %	23,9 %
GBR-T-D-RN-C	Gauche	0,81 %	9,3 %	15,0 %
GBR-T-D-RN-C	Droit	1,55 %	18,0 %	28,9 %
GBR-T-D-RA-C	Gauche	1,21 %	14,0 %	22,6 %
GBR-T-D-RA-C	Droit	2,10 %	24,3 %	39,1 %

Tableau 34 Valeurs de degré de carbonatation des GBR

Le degré de carbonatation estimé des GBR-ELOY est beaucoup plus faible que tous les GBR de laboratoire. Cette différence s'explique par le fait qu'ils sont déjà naturellement carbonatés. D'une part, les réactifs nécessaires à la carbonatation ont déjà été consommés par la carbonatation naturelle, et de ce fait, le potentiel de carbonatation résiduel est plus faible. D'autre part, la carbonatation naturelle de ces GBR a probablement densifié la matrice cimentaire, limitant la diffusion du CO_2 dans les pores des GBR.

Les valeurs de degré de carbonatation de l'incubateur droit sont toujours inférieures à celles de l'incubateur gauche, notamment à cause de la perte d'eau de la solution saline de cet incubateur.

3.2.2 Masse volumique et absorption d'eau

Les mesures d'absorption d'eau réalisées sur les granulats carbonatés après broyage sous la forme de sables montrent une absorption d'eau proche de celle des granulats non carbonatés. Toutefois, les résultats sont toujours inférieurs aux absorptions des granulats non carbonatés.

3.2.3 Essai à la phénolphtaléine

Les essais à la phénolphtaléine ne permettent pas de mettre en évidence la carbonatation réalisée pendant ces 11 jours, du point de vue du virage de couleur comme de la profondeur de carbonatation dans un granulat.

3.2.4 Essai par analyse thermogravimétrique

Les résultats préliminaires de l'analyse thermogravimétrique montrent que la portlandite est largement carbonatée pour le GBR-T-D-RN-C, ainsi que pour le GBR-T-ND-RN-C, bien que le suivi de prise de masse indique que ce dernier est le moins carbonaté. Ces résultats sont en accord avec l'état de l'art, indiquant que la portlandite se carbonate plus vite que les C-S-H et les C-A-H. La décomposition des C-S-H se produit dans gamme de température de l'eau pendant l'essai par thermogravimétrie et comme la portlandite et les C-S-H ne se carbonatent pas à la même vitesse, il n'est pas possible de déduire le degré de carbonatation des GBR à partir de la seule décomposition de la portlandite. On peut toutefois observer qu'avec un degré de carbonatation de 30%, déduit par suivi de prise de masse, la portlandite semble déjà entièrement consommée.

La teneur en portlandite du GBR-T-D-RN est de 0,74%. Comme le GBR est aussi composé de granulats, on peut déduire la teneur en portlandite de la PDC grâce aux mesures de teneurs en PDC réalisées. La teneur en PDC de ce GBR est de 8,78%. On en déduit que la PDC est composée à 8,52% de portlandite. Cette valeur est proche des 10% obtenue par Boualleg avec un ciment CEM I 52,5 de composition similaire au ciment utilisé dans cette étude [122].

3.2.5 Conclusion sur la carbonatation

L'ensemble des mesures sont cohérentes entre elles. Les résultats de l'incubateur gauche sont inférieurs à ceux de l'incubateur droit à cause de la perte de solution saline, limitant l'interprétation des résultats de ce dernier. Toutefois, les résultats de l'incubateur droit sont plus cohérents, le taux de carbonatation est toujours inférieur à 50%. Or, le degré de carbonatation doit être au moins de 50% dans l'ensemble du granulat pour être visible à la phénolphtaléine. Il est donc cohérent qu'aucune carbonatation ne soit visible à la phénolphtaléine puisqu'au moins une partie des granulats n'est pas carbonatée à 50%. Il en va de même pour la baisse d'absorption d'eau qui n'est pas aussi flagrante que prévu car les granulats ne sont pas totalement carbonatés.

Les degrés de carbonatation ne sont pas identiques pour tous les granulats. On observe que plus les granulats ont été placés bas dans l'incubateur, plus ils ont carbonaté rapidement. Le problème peut s'expliquer par la quantité importante de matériaux dans l'incubateur qui a perturbé le bon fonctionnement de la ventilation. Comme le CO_2 est plus dense que l'air, il a pu s'accumuler au fond de l'incubateur et carbonater plus les granulats qui y était présents.

Enfin, par les mesures de teneur en PDC, Zhao a montré que l'attaque à l'acide salicylique ne dissout pas le carbonate de calcium mais dissout la portlandite. Dans ces résultats, il obtient une teneur en PDC de 26,54% pour un béton non carbonaté et seulement 5% pour un béton totalement carbonaté. La baisse de la teneur en PDC dans les GBR carbonaté fait aussi partie des faisceaux d'indice nous confirmant la carbonatation [121].

En supposant une relation linéaire entre le degré de carbonatation et le rapport entre la teneur en PDC carbonatée et non carbonatée, on peut, par produit en croix, formuler l'équation (24) :

$$\epsilon = \frac{T_{pdc}\ non\ carbonaté}{T_{pdc}\ carbonaté} * \frac{5}{26{,}54} * 100 \qquad (24)$$

Et en déduire le tableau 35 :

Matériaux	Degré de carbonatation selon équation (24)
GBR-T-ND-RN-C	19,3 %
GBR-T-D-RN-C	30,9 %
GBR-T-D-RA-C	36,9 %

Tableau 35 Degré de carbonatation selon l'équation (24)

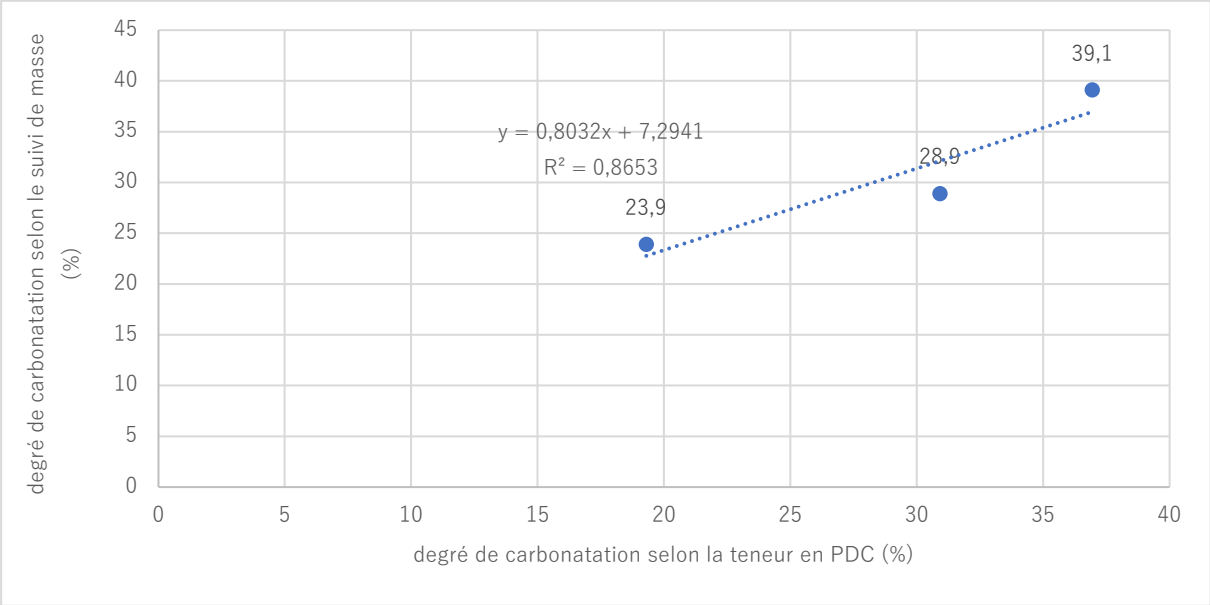


Figure 60 Comparaison du degré de carbonatation entre la teneur en PDC et la prise de masse pour les GBR-T-ND-RN, GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RA.

La figure 60 montre qu'il peut être intéressant d'investiguer cette voie d'estimation du degré de carbonatation. Les résultats semblent montrer une corrélation entre la baisse de la teneur en PDC estimée par attaque à l'acide salicylique et le degré de carbonatation. Toutefois, trop peu de données sont disponibles ici pour tirer des conclusions sur la viabilité de cette méthode. Cette étude peut faire l'objet d'un autre travail de fin d'études.

4 Absorption d'eau et masse volumique

4.1 Granulats naturels

Les mesures d'absorption d'eau et de masses volumiques des granulats naturels sont très proches des valeurs du producteur. L'absorption d'eau est comprise entre 0,56% et 0,83% et confirme la possibilité de négliger leur absorption d'eau lors du gâchage des mortiers et des bétons. Leur masse volumique est comprise entre 2636 et 2689 kg/m^3, ce qui correspond à des valeurs usuelles des granulats naturels [21, 35].

4.2 Granulats recyclés de laboratoire

L'absorption d'eau des granulats recyclés non carbonatés est comprise entre 5,2% et 6,9%, ce qui nécessite de prendre en compte leur absorption d'eau lors du gâchage des mortiers afin de contrôler ce paramètre lors de l'essai. Les masses volumiques mesurée sont entre 2258 et 2374 kg/m^3, et sont donc très proches de la masse volumique du béton de laboratoire.

Les valeurs d'absorption d'eau ne semblent pas avoir autant diminué que prévu pour la carbonatation, avec des valeurs relativement proches des valeurs pour des granulats non carbonatés.

4.3 Granulats recyclés Eloy

L'absorption d'eau des granulats Eloy non carbonatés est de 5,11% et la masse volumique mesurée est de 2367 kg/m^3. Ces valeurs sont typiques pour des granulats recyclés.

L'effet de la carbonatation est d'autant moins marqué sur ces granulats qu'ils sont déjà naturellement carbonatés, comme vu dans les essais de carbonatation.

4.4 Corrélation entre la teneur en pâte de ciment et l'absorption d'eau

La méthode de préparation des mortiers de cette étude implique la mesure de l'absorption d'eau. Les mesures réalisées sur pycnomètre impliquent une masse de prise d'essai d'au moins 1000g pour un seul essai. Or, la masse de sable nécessaire à la réalisation des mortiers est de 1920g, ce qui implique que la mesure de l'absorption d'eau représente 34% à 51% de la matière pour l'essai sur mortier si un ou deux essais d'absorption d'eau sont réalisés, ce qui est conséquent. Le projet RECYBETON a utilisé des prises de masses de 600g pour déterminer l'absorption d'eau des sables.

D'après Zhao, la teneur en PDC déterminée par attaque à l'acide salicylique est corrélée avec l'absorption d'eau des sables de GBR . Dans cette étude, la prise de masse pour mesurer la teneur en PDC est de 100g. Cette prise de masse permet de réaliser plusieurs essais de teneur en

PDC et permettrait de réduire la masse nécessaire aux essais à 2020g, l'absorption d'eau déterminée par teneur en PDC représentant seulement 5% de la masse nécessaire à l'essai.

La figure 58 montre que les mesures réalisées dans ce travail de fin d'études permettent de mettre en évidence la corrélation entre la teneur en PDC et l'absorption d'eau des sables recyclés.

Zhao utilise l'équation (25) pour déterminer l'absorption d'eau des sables à partir de la teneur en PDC :

$$WA_{24} = WA_{pâte\ de\ ciment} * T_{pdc} + WA_{granulats\ naturels} * (1 - T_{pdc}) \qquad (25)$$

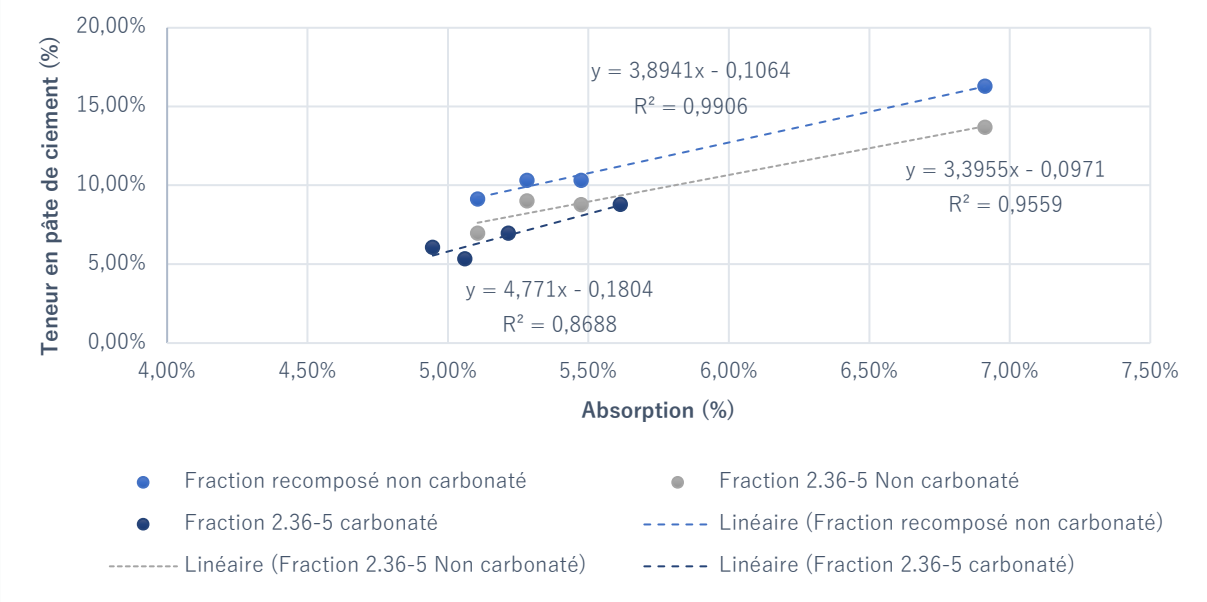


Figure 61 Corrélation entre la teneur en PDC et l'absorption d'eau des sables recyclés mesurés lors de cette étude

La figure 61 montre la bonne corrélation entre l'absorption d'eau des sables recyclés et leur teneur en PDC, que la teneur en PDC soit mesurée sur la courbe reconstituée des mortiers ou la fraction 2,36-5 mm du sable. La corrélation semble toutefois moins bonne pour les sables carbonatés. Ceci peut s'expliquer par le fait que la carbonatation affecte la mesure de la teneur en PDC, et que les sables ne sont pas tous dans le même état de carbonatation.

Afin d'économiser des matériaux pour les essais de gonflement sur mortier, la mesure de l'absorption pourrait être déduite de la teneur en PDC grâce à la procédure suivante :

1. Réaliser une mesure d'absorption d'eau sur sables recyclés selon la EN 1097-6 ;
2. Réaliser les mesures d'absorption d'eau sur les granulats naturels composant le béton de laboratoire ;
3. Déduire de l'équation (25) la valeur d'absorption d'eau de la PDC ;
4. Mesurer la teneur en PDC des autres sables recyclés ;
5. Utiliser l'équation (25) et la valeur d'absorption d'eau de la PDC pour déduire l'absorption des autres sables recyclés.

L'absorption d'eau des granulats naturels de cette étude est en moyenne de 0,69% et permet de déduire l'absorption de la PDC des GBR avec l'équation (25). Le tableau 36 montre que pour des granulats non carbonatés réalisés en laboratoire, l'absorption déduite est de 50,92% (Stdr dev : 4,56%). Pour les granulats carbonatés, les écarts sont beaucoup plus importants et probablement dus aux différences de carbonatation entre les différents granulats.

Pour déterminer l'absorption d'eau de la PDC des GBR-ELOY, l'hypothèse est faite d'une absorption d'eau des granulats naturels égale à celle des calcaires du Tournaisis. Les valeurs d'absorption d'eau de la PDC sont beaucoup plus élevées et s'écartent des valeurs déduites pour les GBR de laboratoire.

Granulats	Teneur en PDC de la fraction 2,36-5	Absorption d'eau de la PDC selon l'équation (22)
GBR-T-ND-RN	9,03 %	51,52 %
GBR-T-D-RN	8,78 %	55,16 %
GBR-T-D-RA	13,7 %	46,09 %
GBR-ELOY	6,98 %	63,97 %
GBR-T-ND-RN-C	8,81 %	56,56 %
GBR-T-D-RN-C	5,35 %	82,36 %
GBR-T-D-RA-C	6,99 %	65,45 %
GBR-ELOY-C	6,09 %	70,58 %

Tableau 36 Absorption de la PDC selon l'équation (22)

Ici, les absorptions d'eau de la PDC sont déduites de l'équation (25) et donc de la mesure de la teneur en PDC. Comme cette dernière est largement diminuée par la carbonatation, la valeur d'absorption d'eau de la PDC augmente artificiellement par le calcul. Or, l'absorption d'eau réelle de la PDC diminue avec la carbonatation [32]. Cette méthode pourrait aussi permettre de calculer l'absorption d'eau des granulats carbonatés s'ils ont tous le même degré de carbonatation.

Avec une absorption moyenne de 50,92 % pour la PDC non carbonatée et de 0,69% pour les granulats naturels, l'équation (25) devient l'équation (26):

$$WA_{24} = 50{,}92\ \% * T_{pdc} + 0{,}69 * (1 - T_{pdc}) \qquad (26)$$

Le tableau 37 compare les valeurs déduites de l'équation (26) et celles mesurées selon la EN 1097-6 pour les granulats non carbonatés :

Granulats	Wa_{24} EN 1097-6	Wa_{24} équation (23)	Ecart relatif
GBR-T-ND-RN	5,28 %	5,15 %	2,57 %
GBR-T-D-RN	5,47 %	5,02 %	8,29 %
GBR-T-D-RA	6,91 %	7,5 %	8,45 %
GBR-ELOY	5,11 %	4,11 %	19,47 %

Tableau 37 Comparaison entre les valeurs déduites de l'équation (26) et celles mesurées selon la EN 1097-6 pour les granulats non carbonatés

Grâce à la mesure de la teneur en PDC et quelques mesures d'absorption d'eau, il est donc possible d'utiliser l'équation (25) pour déduire les absorptions d'eau des sables recyclés et économiser entre 900g et 1900g de matériaux à chaque essai. Toutefois, cette déduction ne semble pas être possible, pour différents bétons ou différents états de carbonatation.

5 Essais de gonflement

5.1 Essais sur les granulats naturels

L'essai T sur les sables du calcaire du Tournaisis naturels permet d'obtenir une référence avec laquelle comparer les résultats des GBR réalisés avec ces granulats. L'allongement moyen de ces granulats est de 0,52%. Guédon-Dubied a réalisé le même essai sur les mêmes granulats et a obtenu des valeurs d'allongement similaires allant de 0,52% à 0,27% en fonction de la couche géologique dans laquelle est prélevé le calcaire du Tournaisis. Dans son étude, les mortiers réalisés avec les granulats des couches CS1 et CI1 ont subi un allongement de respectivement 0,52% et 0,50%, ce qui est similaire à nos résultats [123].

Les essais T et T** ont pour objectif de mettre en évidence une proportion pessimum des granulats. Ces essais n'ont pas permis de mettre en lumière un effet pessimum pour les calcaires du Tournaisis.

Dans son étude, Moundoungou a montré que l'effet pessimum peut se manifester avec des calcaires du Tournaisis. Toutefois, l'effet pessimum a été mis en évidence sur des bétons stockés à 60° C, mais n'a pas pu être mis en évidence à 38° C, en concluant que ce comportement devrait être plus largement étudié. Les essais « microbar » sur les gravillons et sables des calcaires du Tournaisis ont tous classé le calcaire comme potentiellement réactif. Guédon-Dubied n'as pas pu mettre en évidence d'effet pessimum sur ces mêmes granulats et suggère que l'ensemble de la carrière peut être classé PR et non PRP [123]. Les valeurs d'allongement sur les granulats naturels semblent donc être cohérents avec la littérature.

5.2 Essais sur les granulats recyclés

5.2.1 Essais GBR non carbonatés

L'ensemble des granulats recyclés montrent tous un allongement supérieur à la limite de 0,15% et un allongement plus faible que celle du granulat naturel, comme le suggère l'état de l'art. De plus, tous les GBR ont montré un allongement plus important pour un rapport C/G de 1,25 en comparaison avec l'allongement du rapport C/G = 0,5, indiquant un granulat réactif à effet pessimum. Les GBR Eloy ont eu le même comportement à effet pessimum et d'autres études ont montré le même comportement pour des GBR.

En particulier, le projet RECYBETON a pratiqué les mêmes essais à l'autoclave sur quatre GBR réactifs. Ces essais ont classé tous les GBR comme PRP. Toutefois, des études complémentaires ont été réalisées et les auteurs ont déterminé par dosage de la silice soluble que les granulats peuvent être classés comme potentiellement réactifs. Les mêmes granulats ont été testés sur micro-mortier, selon le paragraphe 5.2 de la norme NF P18-594. Les résultats montrent que l'allongement est décroissant en fonction du rapport C/G, ce qui classe les granulats comme potentiellement réactifs [124].

Le classement des GBR comme PRP n'est donc pas évident avec le seul essai sur mortier réalisé dans ce travail de fin d'études. Ce classement pourrait être une particularité de l'essai à l'autoclave et non un comportement des GBR. Des essais réalisés sur béton et un dosage de la silice soluble permettraient de classer avec plus de certitude ces granulats.

Les essais de teneur en alcalins réalisés sur les GBR montrent que l'apport des GBR dopés a été surestimé. De ce fait, la quantité d'alcalins dans les mortiers de GBR non dopés est supérieure à celle dans les mortiers de GBR dopés. Cette différence de dosage explique la baisse de réactivité des GBR-T-D-RN et GBR-T-D-RA.

Toutefois, le GBR-T-D-RN a un allongement plus important que celui du GBR-T-D-RA. Les essais montrent toutefois que le GBR-T-D-RA a une teneur en PDC plus importante que celle du GBR-T-D-RN. Celle-ci peut expliquer la baisse de réactivité, soit en apportant plus de place pour l'expansion du gel de silice comme le suppose Delobel, soit en ayant remplacé plus de granulats naturels réactifs par de la PDC [92].

Les allongements des différents bétons de laboratoire au moment de leur broyage n'étaient pas significativement différents pour les bétons stockés à 20° C. L'allongement du béton stocké à 38° C est toutefois supérieur au moment du broyage. On remarque que plus l'allongement du béton d'origine est grand, moins le GBR qui en est issu est réactif. Ces résultats sont à nuancer car les erreurs de sur-alcalinisation et les différences de teneurs en pâtes de ciment peuvent aussi expliquer ce phénomène.

Les résultats d'allongement des mortiers de GBR produits par la société ELOY ont classé ces granulats PRP. Pour rappel, ces GBR sont issus de bétons de démolition courants dont la

réactivité était incertaine. Cet essai montre que des GBR courants de l'industrie peuvent être réactifs et peuvent causer un potentiel dommage par la réaction alcali-granulat.

5.2.2 Essais GBR carbonatés

L'ensemble des GBR carbonatés ont vu leur réactivité diminuer avec ce prétraitement. Les GBR sont toujours classés PRP selon cet essai. Bien que les quantités d'alcalins n'aient pas été respectées pour les mortiers de GBR dopés, les résultats montrent que pour un rapport C/G égal à 0,5, l'allongement a pu être réduit à des valeurs proches de la limite d'allongement. Les résultats montrent toutefois un effet plus marqué de la carbonatation sur les mortiers dont le rapport C /G est égal à 0,5 que sur ceux dont le rapport C/G = 1,25.

Peng a constaté une diminution de l'allongement d'un mortier de 30 % grâce à la carbonatation des GBR. Ici les réductions obtenues par carbonatation sont similaires, voire meilleures. Elles sont de 29,73%, 48,87% et 39,07% [9].

Les résultats sont donc encourageant car ils montrent que la carbonatation à un effet important sur la baisse de la réactivité alors même que le degré de carbonatation des granulats utilisés ici est inférieur à 50 %. L'effet de la carbonatation sur les bétons pourrait être d'autant plus avantageux que la carbonatation produit avant tout ces effets sur la surface des granulats, réduisant la porosité et consommant la portlandite.

Comme vu avec les mortiers de GBR non carbonatés, la baisse de la quantité d'alcalins dans l'eau de gâchage des mortiers provoque une baisse de l'allongement. D'autre part, la littérature indique que la présence de portlandite est nécessaire à la réaction alcali-silice et celle-ci est consommée par la carbonatation. Thomas impute la baisse de la réactivité de ses granulats par la consommation de la portlandite dans les GBR, ce qui permet d'expliquer la baisse de la réactivité de ces derniers.

Cette hypothèse explique non seulement pourquoi la baisse de réactivité est aussi significative dans nos essais, alors que le degré de carbonatation est faible, car la portlandite est consommée en premier par la carbonatation.

Elle explique aussi la moindre efficacité de la carbonatation au rapport C/G égal à 1,25, car l'augmentation de ce rapport induit une plus grande quantité de PDC fraîche dans le mortier, et donc une plus grande quantité de portlandite disponible pour la réaction alcali-granulat.

Les résultats des valeurs d'absorption des granulats avant et après carbonatation sont relativement proches et ne permettent pas à eux seuls d'expliquer la baisse de réactivité.

Des essais avec des rapports C/G supplémentaires permettraient de mieux connaitre l'impact de la carbonatation en fonction de ce rapport. Un essai en ce sens a été réalisé avec les GBR-Eloy.

A nouveau, l'état d'avancement de la réaction dans le béton d'origine suit l'allongement des mortiers de GBR. Les bétons d'origine ayant les plus grands états d'avancement ont produit les

GBR les moins réactif. Les différents degrés de carbonatation des GBR ne permettent malheureusement pas de tirer de conclusion sur une efficacité différentielle de la carbonatation en fonction de l'état d'avancement de la réaction dans le béton d'origine.

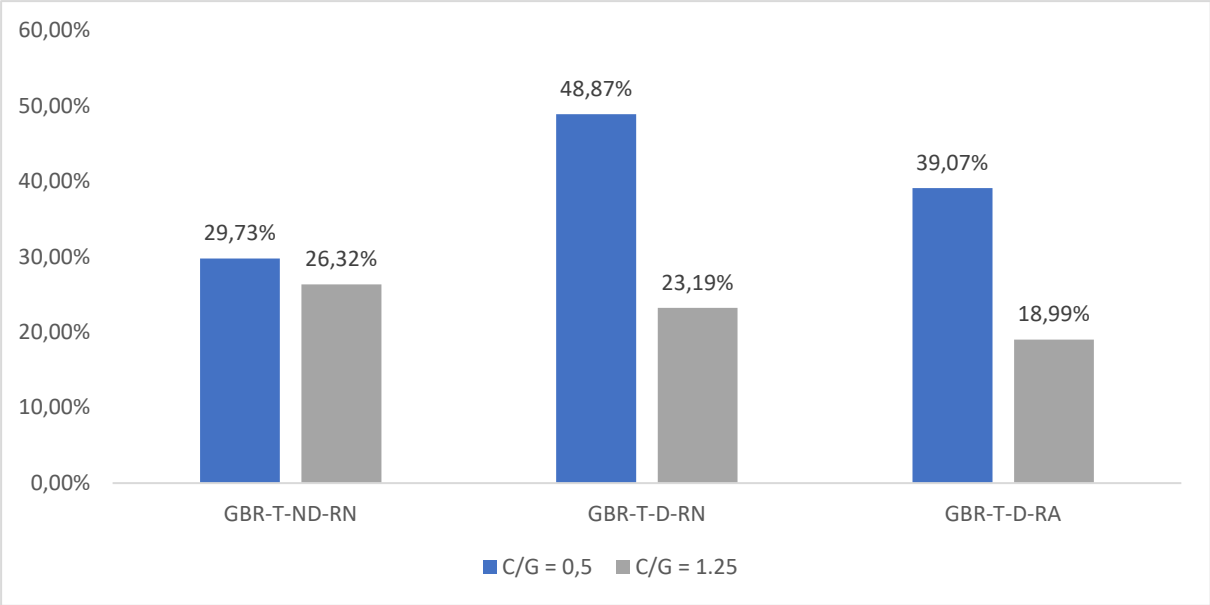


Figure 62 Diminution d'allongement entre GBR non carbonatés et GBR carbonatés

Des essais complémentaires sont nécessaires pour étudier la baisse de la réactivité en fonction du degré de carbonatation. D'une part, la carbonatation permettant de limiter la quantité de portlandite disponible pour la réaction. D'autres part, la carbonatation diminue la dimension des pores du mortier adhérent, et le projet RECYBETON a montré que des pores de plus grande dimension permettent de diminuer l'allongement des mortiers. La figure 62 ne permet pas de tirer de conclusions sur l'impact du degré de carbonatation.

Les résultats sur le GBR-ELOY-C montrent que, pour un rapport C/G égal à 0,5, la réduction due à la carbonatation est moins importante en valeur absolue avec 0,05 points de baisse, mais est tout aussi importante en écart relatif avec une baisse de la réactivité de 33,82%, similaire aux baisses de réactivité des GBR produit en laboratoire.

L'allongement des GBR-ELOY-C pour un rapport C/G de 2,5 est strictement identique à celle du GBR-ELOY. A nouveau, en suivant l'hypothèse formulé par Thomas, plus le rapport C/G est important plus le ciment est introduit en grande quantité dans le mortier et plus la quantité de portlandite consommée dans les GBR par la carbonatation est faible. Il en découle que plus les GBR carbonatés sont introduits en grande quantité, et plus la quantité de ciment est limitée, plus la réactivité des GBR est diminuée par la carbonatation.

Des essais sur béton peuvent être réalisés afin de confirmer ce comportement qui pourrait réduire l'efficacité de la carbonatation avec un taux de substitution faible de granulats naturels par des GBR réactifs.

5.2.3 Essais GBR Lavés

L'essai réalisé avec le GBR-T-ND-RN-L a produit des allongements très proches mais inférieures à celles du GBR-T-ND-RN. Il faut ici tenir compte du fait que les GBR-T-ND-RN-L ont une teneur en PDC supérieure à celle des GBR-T-ND-RN ce qui peut expliquer cette diminution. La diminution peut aussi être expliquée d'une part par la lixiviation de la silice dissoute, réduisant d'autant plus la quantité de silice disponible pour la réaction alcali-granulat, et d'autre part par le lavage, qui a pu aussi provoquer la lixiviation des alcalins et de la portlandite réduisant la réactivité des GBR.

Chapitre 6 : Conclusion

Les granulats de béton recyclés ont un impact largement négatif sur les propriétés des bétons de granulats de béton recyclés. Le recyclage du béton présente toutefois des perspectives encourageantes face aux enjeux climatiques et environnementaux à venir.

La réactivité des bétons de granulats de béton recyclés vis-à-vis de la réaction alcali-granulat fait partie des enjeux du recyclage des bétons de démolition, car la réactivité des gravillons et sables d'origine est généralement inconnue et les GBR peuvent provenir d'un mélange de plusieurs bétons. De plus, le mortier adhérent aux granulats de béton recyclés peut apporter du gel de silice ou des alcalins pouvant exacerber la réaction.

La carbonatation permet d'améliorer les propriétés de résistance mécanique et de durabilité des bétons de granulats de béton recyclés permettant d'avancer vers un plus grand emploi de ces derniers tous en améliorant leurs qualités de lutte contre le réchauffement climatique en permettant le stockage définitif du CO_2.

De plus, la carbonatation semble pouvoir réduire la réactivité des granulats de béton recyclés vis-à-vis de la réaction alcali-granulat.

L'objectif de ce travail de fin d'études est de mieux comprendre l'impact de la carbonatation sur la réactivité des granulats de béton recyclés à l'aide de plusieurs bétons avec des état d'avancement de la réaction alcali-granulat différents et plusieurs origines différentes, notamment à l'aide de granulats recyclés produits industriellement.

Les expériences menées ont permis de confirmer les résultats concernant la baisse de la réactivité d'au moins 30% des granulats de béton recyclés grâce à la carbonatation de ces derniers. L'efficacité de la carbonatation semble diminuer avec l'augmentation du rapport ciment / granulat dans les éprouvettes de mortier.

La baisse de réactivité des granulats recyclés se produit même pour un degré de carbonatation inférieur à 50%.

Le contrôle de l'état de saturation en eau des granulats recyclés a participé à la bonne reproductibilité des essais.

Les expériences réalisées ne permettent toutefois pas de classer les granulats avec certitude dans les classes PR ou PRP.

Enfin l'essai de réactivité sur mortier produit un biais de représentativité de l'expérience car elle induit un broyage supplémentaire des granulats recyclés, induisant des pertes de fines supplémentaires et l'exposition de nouvelles faces du granulat. Le pré-traitement par carbonatation a aussi été réalisé sur les gravillons avant de les broyer pour l'essai, ce qui expose des faces non carbonatées du granulat.

Bien qu'encourageants, l'ensemble des résultats des essais de gonflement de ces études doivent nécessairement être confirmés par des essais sur bétons.

Pour finir, les résultats de ce travail de fin d'études ouvrent des perspectives :

La mesure de l'absorption d'eau, du suivi de prise de masse et de la teneur en pâte de ciment des granulats recyclés a permis de mettre en évidence que l'absorption d'eau des granulats pourrait être déduite de la teneur en pâte de ciment.

La mesure de la teneur en pâte de ciment avant et après carbonatation pourrait quant à elle permettre d'estimer de degré de carbonatation.

La mesure de teneur en pâte de ciment permettrait ainsi de déduire l'absorption d'eau et le degré de carbonatation des granulats et d'effectuer des économies de matériaux pour de futures essais.

Les essais réalisés sur mortiers indiquent une baisse significative de la réactivité des granulats recyclés à la suite de ce pré-traitement, ajoutant une qualité de plus au pré-traitement des granulats recyclés par carbonatation.

Les granulats de béton recyclés pourront devenir un gisement important et crédible de granulats pour la formulation des bétons.

Bibliographie

[1] ONU, “World Urbanization Prospects: The 2018 Revision,” 2018.

[2] ONU, “World Population Prospects 2019: Highlights,” 2019. [Online]. Available: https://population.un.org/wpp

[3] UEPG, “ANNUAL REVIEW European Aggregates Association asustainable industry for a sustainable europe,” 2020.

[4] EUROSTAT, “Waste statistics Statistics Explained,” 2021. Accessed: Feb. 17, 2022. [Online]. Available: https://ec.europa.eu/eurostat/statisticsexplained/

[5] F. Larrard and H. Colina, *Le béton recyclé*. Marne-la-Vallée : Ifsttar: Ouvrages Scientifiques, 2018.

[6] M. Sereng, A. Djerbi, O. Metalssi, P. Dangla, and jean michel Torrenti, “Effect of carbonation on recycled concrete aggregates and water absorption,” Jun. 2019.

[7] E Stanton Thomas, “Expansion of Concrete through Reaction between Cement and Aggregate,” *Transactions of the American Society of Civil Engineers*, vol. 107, no. 1, pp. 54–84, Jan. 1942, doi: 10.1061/TACEAT.0005540.

[8] F. Rajabipour, E. Giannini, C. Dunant, J. H. Ideker, and M. D. A. Thomas, “Alkali–silica reaction: Current understanding of the reaction mechanisms and the knowledge gaps,” *Cement and Concrete Research*, vol. 76, pp. 130–146, Oct. 2015, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2015.05.024.

[9] Z. Peng *et al.*, “Alkali-aggregate reaction in recycled aggregate concrete,” *Journal of Cleaner Production*, vol. 255, p. 120238, May 2020, doi: 10.1016/J.JCLEPRO.2020.120238.

[10] A. Gholizadeh-Vayghan, A. Bellinkx, R. Snellings, B. Vandoren, and M. Quaghebeur, “The effects of carbonation conditions on the physical and microstructural properties of recycled concrete coarse aggregates,” *Construction and Building Materials*, vol. 257, p. 119486, Oct. 2020, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2020.119486.

[11] H. Simon, “Prétraitement des granulats recyclés au moyen de la carbonatation accélérée pour la fabrication de mortiers (Unpublished master’s thesis),” Liège, 2019. [Online]. Available: http://hdl.handle.net/2268.2/6779

[12] Y. Shao, M. S. Mirza, and X. Wu, “CO2 sequestration using calcium-silicate concrete,” *Canadian Journal of Civil Engineering*, vol. 33, no. 6, pp. 776–784, Jun. 2006, doi: 10.1139/l05-105.

[13] G. S. dos Reis, B. Cazacliu, R. Artoni, J. M. Torrenti, C. S. Hoffmann, and E. C. Lima, “Coupling of attrition and accelerated carbonation for CO2 sequestration in recycled concrete

aggregates," *Cleaner Engineering and Technology*, vol. 3, p. 100106, Jul. 2021, doi: 10.1016/J.CLET.2021.100106.

[14] J. G. J. Olivier, K. M. Schure, and J. A. H. W. Peters, "TRENDS IN GLOBAL CO 2 AND TOTAL GREENHOUSE GAS EMISSIONS 2017 Report Trends in global CO2 and total greenhouse gas emissions: 2017 Report," 2017. [Online]. Available: www.pbl.nl/en.

[15] United Nations Environment Programme (2020), "2020 Global Status Report for Buildings and Construction: Towards a Zero-emission, Efficient and Resilient Buildings and Construction Sector," 2020.

[16] SDES, "Chiffres clés du climat France, Europe et Monde," 2021.

[17] SDES, "Le recyclage des déchets produits par l'activité de BTP en 2014," 2018.

[18] Parlement européen, "DIRECTIVE 2008/98/CE 19 novembre 2008 relative aux déchets et abrogeant certaines directives," 2008.

[19] N. D. Oikonomou, "Recycled concrete aggregates," *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, no. 2, pp. 315–318, Feb. 2005, doi: 10.1016/J.CEMCONCOMP.2004.02.020.

[20] UEPG, "Estimates of Aggregates Production - 2019 Data," 2019. https://uepg.eu/pages/figures (accessed Feb. 19, 2022).

[21] M. P. Adams, "Alkali-Silica Reaction in Concrete Containing Recycled Concrete Aggregates," 2012. [Online]. Available: http://hdl.handle.net/1957/27864

[22] S. Delvoie, Z. Zhao, F. Michel, and L. Courard, "State of the art on recycling techniques for the production of recycled sands and aggregates from construction and demolition wastes," in *Mid-term conference SeRaMCo*, 2018, p. 17.

[23] S. Marinković, V. Radonjanin, M. Malešev, and I. Ignjatović, "Comparative environmental assessment of natural and recycled aggregate concrete," *Waste Management*, vol. 30, no. 11, pp. 2255–2264, Nov. 2010, doi: 10.1016/J.WASMAN.2010.04.012.

[24] M. S. de Juan and P. A. Gutiérrez, "Study on the influence of attached mortar content on the properties of recycled concrete aggregate," *Construction and Building Materials*, vol. 23, no. 2, pp. 872–877, Feb. 2009, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2008.04.012.

[25] A. Akbarnezhad, K. C. G. Ong, C. T. Tam, and M. H. Zhang, "Effects of the Parent Concrete Properties and Crushing Procedure on the Properties of Coarse Recycled Concrete Aggregates," *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 25, no. 12, pp. 1795–1802, Dec. 2013, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000789.

[26] B. Galán, J. R. Viguri, E. Cifrian, E. Dosal, and A. Andres, "Influence of input streams on the construction and demolition waste (CDW) recycling performance of basic and advanced treatment plants," *Journal of Cleaner Production*, vol. 236, p. 117523, Nov. 2019, doi: 10.1016/J.JCLEPRO.2019.06.354.

[27] A. Feraille Fresnet, “Du matériau à l’ouvrage : quelques apports méthodologiques relatifs à l’Analyse de Cycle de Vie,” 2016. [Online]. Available: https://hal.archives-ouvertes.fr/tel-01591409

[28] A. ben Fraj and R. Idir, “Concrete based on recycled aggregates – Recycling and environmental analysis: A case study of paris’ region,” *Construction and Building Materials*, vol. 157, pp. 952–964, Dec. 2017, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2017.09.059.

[29] T. Ding, J. Xiao, and V. W. Y. Tam, “A closed-loop life cycle assessment of recycled aggregate concrete utilization in China,” *Waste Management*, vol. 56, pp. 367–375, Oct. 2016, doi: 10.1016/J.WASMAN.2016.05.031.

[30] G. Fathifazl, A. Abbas, A. G. Razaqpur, O. B. Isgor, B. Fournier, and S. Foo, “New Mixture Proportioning Method for Concrete Made with Coarse Recycled Concrete Aggregate,” *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 21, no. 10, pp. 601–611, Oct. 2009, doi: 10.1061/(ASCE)0899-1561(2009)21:10(601).

[31] M. Sereng, “Amélioration des propriétés des granulats recyclés par stockage de CO2 : étude de la faisabilité préindustrielle,” 2020. doi: 10.13140/RG.2.2.21484.90242.

[32] Z. Jiake, S. Caijun, L. Yake, P. Xiaoying, P. Chi-Sun, and X. Zhaobin, “Performance Enhancement of Recycled Concrete Aggregates through Carbonation,” *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 27, no. 11, p. 04015029, Nov. 2015, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001296.

[33] S. Nagataki, A. Gokce, T. Saeki, and M. Hisada, “Assessment of recycling process induced damage sensitivity of recycled concrete aggregates,” *Cement and Concrete Research*, vol. 34, no. 6, pp. 965–971, Jun. 2004, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2003.11.008.

[34] A. K. Padmini, K. Ramamurthy, and M. S. Mathews, “Influence of parent concrete on the properties of recycled aggregate concrete,” *Construction and Building Materials*, vol. 23, no. 2, pp. 829–836, Feb. 2009, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2008.03.006.

[35] C. S. Poon, Z. H. Shui, L. Lam, H. Fok, and S. C. Kou, “Influence of moisture states of natural and recycled aggregates on the slump and compressive strength of concrete,” *Cement and Concrete Research*, vol. 34, no. 1, pp. 31–36, Jan. 2004, doi: 10.1016/S0008-8846(03)00186-8.

[36] D. Buck Alan, “Recycled concrete as a source of aggregate,” *ACI journal,* vol. 74, pp. 212–219, 1977, [Online]. Available: http://hdl.handle.net/11681/11503

[37] A. Gokce, S. Nagataki, T. Saeki, and M. Hisada, “Identification of frost-susceptible recycled concrete aggregates for durability of concrete,” *Construction and Building Materials*, vol. 25, no. 5, pp. 2426–2431, May 2011, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2010.11.054.

[38] J. M. V. Gómez-Soberón, “Porosity of recycled concrete with substitution of recycled concrete aggregate: An experimental study,” *Cement and Concrete Research*, vol. 32, no. 8, pp. 1301–1311, Aug. 2002, doi: 10.1016/S0008-8846(02)00795-0.

[39] T. C. Hansen, “Recycled aggregates and recycled aggregate concrete second state-of-the-art report developments 1945–1985,” *Materials and Structures*, vol. 19, no. 3, pp. 201–246, 1986, doi: 10.1007/BF02472036.

[40] R. v. Silva, J. de Brito, and R. K. Dhir, “Properties and composition of recycled aggregates from construction and demolition waste suitable for concrete production,” *Construction and Building Materials*, vol. 65, pp. 201–217, Aug. 2014, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2014.04.117.

[41] J. Wang, J. Zhang, and D. Cao, “Pore characteristics of recycled aggregate concrete and its relationship with durability under complex environmental factors,” *Construction and Building Materials*, vol. 272, p. 121642, Feb. 2021, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2020.121642.

[42] Z. Zhao, S. Remond, D. Damidot, and W. Xu, “Influence of hardened cement paste content on the water absorption of fine recycled concrete aggregates,” *Journal of Sustainable Cement-Based Materials*, vol. 2, no. 3–4, pp. 186–203, Dec. 2013, doi: 10.1080/21650373.2013.812942.

[43] T. Noguchi, R. Kitagaki, and M. Tsujino, “Minimizing environmental impact and maximizing performance in concrete recycling,” *Structural Concrete*, vol. 12, no. 1, pp. 36–46, Mar. 2011, doi: 10.1002/suco.201100002.

[44] NF EN933-11, “Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats – Partie 11 : Essai de classification des constituants de gravillons recyclés,” 2009.

[45] E. Hamard and L. le Guen, “Échantillonnage des granulats recyclés : étude bibliographique,” 2017. [Online]. Available: www.irex.asso.fr

[46] S. A. Delvoie, Z. A. Zhao, M. Frédéric, and C. Luc, “UTILISATION DES SABLES ET GRANULATS RECYCLÉS DANS LE BÉTON PRÉFABRIQUÉ : COMPARAISON DES EXIGENCES RÉGLEMENTAIRES ET TECHNIQUES EN EUROPE,” 2018. [Online]. Available: https://hdl.handle.net/2268/228451

[47] NF EN206/CN:2014, “Béton - Spécification, performance, production et conformité,” 2014.

[48] M. Thomas and S. Monkman, “THE CARBONATION OF RECYCLED CONCRETE AGGREGATE AFFECTED BY ALKALI-SILICA REACTION,” in *CO2STO2019 - International Workshop CO2 Storage in Concrete*, 2019, pp. 138–145.

[49] NF P18-545: 2011, “Granulats, éléments de définition, conformité et codification,” 2011.

[50] R. v. Silva, J. de Brito, and R. K. Dhir, “Prediction of the shrinkage behavior of recycled aggregate concrete: A review,” *Construction and Building Materials*, vol. 77, pp. 327–339, Feb. 2015, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2014.12.102.

[51] G. Fathifazl, A. Ghani Razaqpur, O. Burkan Isgor, A. Abbas, B. Fournier, and S. Foo, “Creep and drying shrinkage characteristics of concrete produced with coarse recycled concrete aggregate,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 33, no. 10, pp. 1026–1037, Nov. 2011, doi: 10.1016/J.CEMCONCOMP.2011.08.004.

[52] Gomez Soberon J.M.V, “Creep of concrete with substitution of normal aggregate by recycled concrete aggregate,” in *ACI Fifth International Conference on Innovation in Design with Emphasis on Seismic, Wind and Environmental Loading, Quality Control, and Innovation in Materials/Hot Weather Concreting*, 2002, pp. 441–464.

[53] M. Singh, A. B. Danie Roy, S. Waseem, and H. Singh, “Feasibility and performance analysis of carbonated recycled aggregate concrete,” *International Journal of Sustainable Engineering*, vol. 14, no. 4, pp. 761–775, Jul. 2021, doi: 10.1080/19397038.2020.1856967.

[54] D. Xuan, B. Zhan, and C. S. Poon, “Assessment of mechanical properties of concrete incorporating carbonated recycled concrete aggregates,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 65, pp. 67–74, Jan. 2016, doi: 10.1016/J.CEMCONCOMP.2015.10.018.

[55] Courard Luc, “Cours magistral : Propriétés physiques et mécaniques du béton durci,” 2020.

[56] K. K. Sagoe-Crentsil, T. Brown, and A. H. Taylor, “Performance of concrete made with commercially produced coarse recycled concrete aggregate,” *Cement and Concrete Research*, vol. 31, no. 5, pp. 707–712, May 2001, doi: 10.1016/S0008-8846(00)00476-2.

[57] C. Thomas, J. Setién, J. A. Polanco, P. Alaejos, and M. Sánchez De Juan, “Durability of recycled aggregate concrete,” *Construction and Building Materials*, vol. 40, pp. 1054–1065, Mar. 2013, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2012.11.106.

[58] D. Xuan, B. Zhan, and C. S. Poon, “Durability of recycled aggregate concrete prepared with carbonated recycled concrete aggregates,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 84, pp. 214–221, Nov. 2017, doi: 10.1016/J.CEMCONCOMP.2017.09.015.

[59] A. Gokce, S. Nagataki, T. Saeki, and M. Hisada, “Freezing and thawing resistance of air-entrained concrete incorporating recycled coarse aggregate: The role of air content in demolished concrete,” *Cement and Concrete Research*, vol. 34, no. 5, pp. 799–806, May 2004, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2003.09.014.

[60] R. v. Silva, R. Neves, J. de Brito, and R. K. Dhir, “Carbonation behaviour of recycled aggregate concrete,” *Cement and Concrete Composites*, vol. 62, pp. 22–32, Sep. 2015, doi: 10.1016/J.CEMCONCOMP.2015.04.017.

[61] J. Xiao, J. Ying, V. W. Y. Tam, and I. R. Gilbert, “Test and prediction of chloride diffusion in recycled aggregate concrete,” *Science China Technological Sciences*, vol. 57, no. 12, pp. 2357–2370, Dec. 2014, doi: 10.1007/s11431-014-5700-4.

[62] B. Fournier and M.-A. Bérubé, “Alkali-aggregate reaction in concrete: a review of basic concepts and engineering implications,” *Canadian Journal of Civil Engineering*, vol. 27, no. 2, pp. 167–191, Apr. 2000, doi: 10.1139/l99-072.

[63] Thomas M.D.A., B. Fournier, and Folliard K.J., *Alkali-aggregate reactivity (AAR) facts book*. 2013.

[64] M. Thomas, “The effect of supplementary cementing materials on alkali-silica reaction: A review,” *Cement and Concrete Research*, vol. 41, no. 12, pp. 1224–1231, Dec. 2011, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2010.11.003.

[65] S. L. Brantley, J. D. Kubicki, A. F. White, and others, “Kinetics of water-rock interaction,” 2008.

[66] B. C. Bunker, “Molecular mechanisms for corrosion of silica and silicate glasses,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 179, no. C, pp. 300–308, Nov. 1994, doi: 10.1016/0022-3093(94)90708-0.

[67] V. S. Molchanov and N. E. Prikhidko, “Corrosion of silicate glasses by alkaline solutions,” *Bulletin of the Academy of Sciences of the USSR Division of Chemical Science*, vol. 6, no. 10, pp. 1179–1184, 1958, doi: 10.1007/BF01167384.

[68] Y. Monnin, “Méthodologie pour décrire le gonflement multi-échelle de calcaires siliceux soumis à la réaction alcali-silice dans le matériau béton,” 2005. [Online]. Available: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00097676

[69] F. Gaboriaud, A. Nonat, D. Chaumont, and A. Craievich, “Aggregation and Gel Formation in Basic Silico – Calco – Alkaline Solutions Studied: A SAXS, SANS, and ELS Study,” *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 103, no. 28, pp. 5775–5781, Jul. 1999, doi: 10.1021/jp990151s.

[70] S. Chatterji, “The role of Ca(OH)2 in the breakdown of Portland cement concrete due to alkali-silica reaction,” *Cement and Concrete Research*, vol. 9, no. 2, pp. 185–188, Mar. 1979, doi: 10.1016/0008-8846(79)90024-3.

[71] I. Moundoungou, “Une étude de faisabilité pour une meilleure utilisation dans le matériau béton de granulats ’ ’ potentiellement réactifs ’ ’ vis-à-vis de la réaction alcali-silice,” Ecole des Mines de Douai, 2010. [Online]. Available: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00587058

[72] A. Gholizadeh Vayghan, F. Rajabipour, and J. L. Rosenberger, “Composition–rheology relationships in alkali–silica reaction gels and the impact on the gel’s deleterious behavior,” *Cement and Concrete Research*, vol. 83, pp. 45–56, May 2016, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2016.01.011.

[73] Y. Kawabata, C. Dunant, K. Yamada, and K. Scrivener, “Impact of temperature on expansive behavior of concrete with a highly reactive andesite due to the alkali–silica reaction,” *Cement and Concrete Research*, vol. 125, p. 105888, Nov. 2019, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2019.105888.

[74] S. Poyet *et al.*, “Influence of Water on Alkali-Silica Reaction: Experimental Study and Numerical Simulations,” *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 18, no. 4, pp. 588–596, Aug. 2006, doi: 10.1061/(ASCE)0899-1561(2006)18:4(588).

[75] C. Zhang, A. Wang, M. Tang, B. Wu, and N. Zhang, “Influence of aggregate size and aggregate size grading on ASR expansion,” *Cement and Concrete Research*, vol. 29, no. 9, pp. 1393–1396, Sep. 1999, doi: 10.1016/S0008-8846(99)00099-X.

[76] S. Poyet *et al.*, “Chemical modelling of Alkali Silica reaction: Influence of the reactive aggregate size distribution,” *Materials and Structures*, vol. 40, no. 2, pp. 229–239, Jan. 2007, doi: 10.1617/s11527-006-9139-3.

[77] D. W. Hobbs, J. Bensted, and P. Barnes, “Alkali-silica reaction in concrete,” *Structure and performance of cements*, pp. 265–281, 2002.

[78] T. Ichikawa, “Alkali–silica reaction, pessimum effects and pozzolanic effect,” *Cement and Concrete Research*, vol. 39, no. 8, pp. 716–726, Aug. 2009, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2009.06.004.

[79] S. Shafaatian, “Innovative methods to mitigate alkali-silica reaction in concrete materials containing recycled glass aggregates,” 2012.

[80] A. Shayan, A. Xu, G. Chirgwin, and H. Morris, “Effects of seawater on AAR expansion of concrete,” *Cement and Concrete Research*, vol. 40, no. 4, pp. 563–568, Apr. 2010, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2009.09.008.

[81] P. J. Nixon, C. L. Page, I. Canham, and R. Bollinghaus, “Influence of sodium chloride on alkali-silica reaction,” *Advances in Cement Research*, vol. 1, no. 2, pp. 99–106, Apr. 1988, doi: 10.1680/adcr.1988.1.2.99.

[82] ASTM International, “ASTM Standard C1260 Standard Test Method for Potential Alkali Reactivity of Aggregates (Mortar-Bar Method),” West Conshohocken, 2007.

[83] ASTM International, “ASTM C1567 Standard Test Method for Determining the Potential Alkali-Silica Reactivity of Combinations of Cementitious Materials and Aggregate (Accelerated Mortar-bar Method),” West Conshohocken, 2007.

[84] NF P18-454, “Réactivité d’une formule de béton vis-à-vis de l’alcali-reaction,” 2004.

[85] NF P18-594, “Granulats - Méthodes d’essai de réactivité aux alcalis,” 2015.

[86] A. Leemann, B. Lothenbach, and C. Thalmann, “Influence of superplasticizers on pore solution composition and on expansion of concrete due to alkali-silica reaction,”

Construction and Building Materials, vol. 25, no. 1, pp. 344–350, Jan. 2011, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2010.06.019.

[87] M. Barreto Santos, J. de Brito, and A. Santos Silva, "A Review on Alkali-Silica Reaction Evolution in Recycled Aggregate Concrete," *Materials*, vol. 13, no. 11, p. 2625, Jun. 2020, doi: 10.3390/ma13112625.

[88] M. H. Shehata, C. Christidis, W. Mikhaiel, C. Rogers, and M. Lachemi, "Reactivity of reclaimed concrete aggregate produced from concrete affected by alkali–silica reaction," *Cement and Concrete Research*, vol. 40, no. 4, pp. 575–582, Apr. 2010, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2009.08.008.

[89] M. Etxeberria and E. Vázquez, "Reacción álcali sílice en el hormigón debido al mortero adherido del árido reciclado," *Materiales de Construcción*, vol. 60, no. 297, pp. 47–58, Mar. 2010, doi: 10.3989/mc.2010.46508.

[90] R. Johnson and M. H. Shehata, "The efficacy of accelerated test methods to evaluate Alkali Silica Reactivity of Recycled Concrete Aggregates," *Construction and Building Materials*, vol. 112, pp. 518–528, Jun. 2016, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2016.02.155.

[91] M. P. Adams *et al.*, "Applicability of the Accelerated Mortar Bar Test for Alkali-Silica Reactivity of Recycled Concrete Aggregates," *Advances in Civil Engineering Materials*, vol. 2, no. 1, p. 20120030, Mar. 2013, doi: 10.1520/ACEM20120030.

[92] F. Delobel, D. Bulteel, J. M. Mechling, A. Lecomte, M. Cyr, and S. Rémond, "Application of ASR tests to recycled concrete aggregates: Influence of water absorption," *Construction and Building Materials*, vol. 124, pp. 714–721, Oct. 2016, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2016.08.004.

[93] X. Li and D. L. Gress, "Mitigating Alkali–Silica Reaction in Concrete Containing Recycled Concrete Aggregate," *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board*, vol. 1979, no. 1, pp. 30–35, Jan. 2006, doi: 10.1177/0361198106197900105.

[94] V. E. Saouma, *Diagnosis & Prognosis of AAR Affected Structures: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 259-ISR*, vol. 31. Springer Nature, 2020.

[95] R. B. Figueira *et al.*, "Alkali-silica reaction in concrete: Mechanisms, mitigation and test methods," *Construction and Building Materials*, vol. 222, pp. 903–931, Oct. 2019, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2019.07.230.

[96] M. P. Adams and J. H. Ideker, "Using Supplementary Cementitious Materials to Mitigate Alkali-Silica Reaction in Concrete with Recycled-Concrete Aggregate," *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 32, no. 8, p. 04020209, Aug. 2020, doi: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0003277.

[97] M. Mahedi and B. Cetin, “Carbonation based leaching assessment of recycled concrete aggregates,” *Chemosphere*, vol. 250, p. 126307, Jul. 2020, doi: 10.1016/J.CHEMOSPHERE.2020.126307.

[98] C. Shi, Y. Li, J. Zhang, W. Li, L. Chong, and Z. Xie, “Performance enhancement of recycled concrete aggregate – A review,” *Journal of Cleaner Production*, vol. 112, pp. 466–472, Jan. 2016, doi: 10.1016/J.JCLEPRO.2015.08.057.

[99] E. Drouet, S. Poyet, P. le Bescop, J. M. Torrenti, and X. Bourbon, “Carbonation of hardened cement pastes: Influence of temperature,” *Cement and Concrete Research*, vol. 115, pp. 445–459, Jan. 2019, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2018.09.019.

[100] L. Liu, J. Ha, T. Hashida, and S. Teramura, “Development of a CO2 solidification method for recycling autoclaved lightweight concrete waste,” *J Mater Sci Lett*, vol. 20, no. 19, pp. 1791–1794, 2001.

[101] D. Wang, T. Noguchi, and T. Nozaki, “Increasing efficiency of carbon dioxide sequestration through high temperature carbonation of cement-based materials,” *Journal of Cleaner Production*, vol. 238, p. 117980, Nov. 2019, doi: 10.1016/J.JCLEPRO.2019.117980.

[102] X. Fang, D. Xuan, and C. S. Poon, “Empirical modelling of CO2 uptake by recycled concrete aggregates under accelerated carbonation conditions,” *Materials and Structures*, vol. 50, no. 4, p. 200, Aug. 2017, doi: 10.1617/s11527-017-1066-y.

[103] B. Zhan, C. S. Poon, Q. Liu, S. Kou, and C. Shi, “Experimental study on CO2 curing for enhancement of recycled aggregate properties,” *Construction and Building Materials*, vol. 67, pp. 3–7, Sep. 2014, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2013.09.008.

[104] D. Burden, “The durability of concrete containing high levels of fly ash,” 2006.

[105] E. Drouet, “Impact de la température sur la carbonatation des matériaux cimentaires : prise en compte des transferts hydriques,” École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2010. [Online]. Available: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00618092

[106] Z. Zhao, S. Remond, D. Damidot, L. Courard, and F. Michel, “Improving the properties of recycled concrete aggregates by accelerated carbonation,” *Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Construction Materials*, vol. 171, no. 3, pp. 126–132, Jun. 2018, doi: 10.1680/jcoma.17.00015.

[107] J. Zhang, C. Shi, Y. Li, X. Pan, C.-S. Poon, and Z. Xie, “Influence of carbonated recycled concrete aggregate on properties of cement mortar,” *Construction and Building Materials*, vol. 98, pp. 1–7, Nov. 2015, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2015.08.087.

[108] Poon C.S., Zhan B.J., Xuan D.X., and Hossain M.U., “ENHANCEMENT OF PROPERTIES OF RECYCLED AGGREGATE CONCRETE BY ACCELERATED CO2 CURING,” in *CO2STO2019 - International Workshop CO2 Storage in Concrete*, 2019, pp. 3–12.

[109] B. Lu, C. Shi, Z. Cao, M. Guo, and J. Zheng, “Effect of carbonated coarse recycled concrete aggregate on the properties and microstructure of recycled concrete,” *Journal of Cleaner Production*, vol. 233, pp. 421–428, Oct. 2019, doi: 10.1016/J.JCLEPRO.2019.05.350.

[110] S. K. Kaliyavaradhan and T. C. Ling, “Potential of CO2 sequestration through construction and demolition (C&D) waste—An overview,” *Journal of CO2 Utilization*, vol. 20, pp. 234–242, Jul. 2017, doi: 10.1016/J.JCOU.2017.05.014.

[111] T. Kikuchi and Y. Kuroda, “Carbon Dioxide Uptake in Demolished and Crushed Concrete,” *Journal of Advanced Concrete Technology*, vol. 9, no. 1, pp. 115–124, Feb. 2011, doi: 10.3151/jact.9.115.

[112] J. G. Jang, G. M. Kim, H. J. Kim, and H. K. Lee, “Review on recent advances in CO2 utilization and sequestration technologies in cement-based materials,” *Construction and Building Materials*, vol. 127, pp. 762–773, Nov. 2016, doi: 10.1016/J.CONBUILDMAT.2016.10.017.

[113] Grigoletto S., Courard L., Zhao Z., and Michel F., “CO2 CAPTURE FOR MINERALIZED MISCANTHUS AGGREGATES,” in *CO2STO2019 - International Workshop CO2 Storage in Concrete*, 2019, p. 98.

[114] S. Chinchón-Payá, C. Andrade, and S. Chinchón, “Indicator of carbonation front in concrete as substitute to phenolphthalein,” *Cement and Concrete Research*, vol. 82, pp. 87–91, Apr. 2016, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2015.12.010.

[115] R. Siddique, “Properties of self-compacting concrete containing class F fly ash,” *Materials & Design*, vol. 32, no. 3, pp. 1501–1507, Mar. 2011, doi: 10.1016/j.matdes.2010.08.043.

[116] G. Villain, M. Thiery, and G. Platret, “Measurement methods of carbonation profiles in concrete: Thermogravimetry, chemical analysis and gammadensimetry,” *Cement and Concrete Research*, vol. 37, no. 8, pp. 1182–1192, Aug. 2007, doi: 10.1016/J.CEMCONRES.2007.04.015.

[117] S. Monkman and Y. Shao, “Assessing the Carbonation Behavior of Cementitious Materials,” *Journal of Materials in Civil Engineering*, vol. 18, no. 6, pp. 768–776, Dec. 2006, doi: 10.1061/(ASCE)0899-1561(2006)18:6(768).

[118] C. Andrade, “Evaluation of the degree of carbonation of concretes in three environments,” *Construction and Building Materials*, vol. 230, p. 116804, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2019.116804.

[119] P 18-542, “Granulats naturels courants pour bétons hydrauliques : Critères de qualification des granulats vis-à-vis de l ´ alcali-réaction,” 1994.

[120] EN 1097-6, “Essais pour determiner les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6: Determination de la masse volumique réelle et du coefficient d’absorption d’eau,” Sep. 2000.

[121] Z. Zhao, J. Xiao, D. Damidot, S. Rémond, D. Bulteel, and L. Courard, “Quantification of the Hardened Cement Paste Content in Fine Recycled Concrete Aggregates by Means of Salicylic Acid Dissolution,” *Materials*, vol. 15, no. 9, p. 3384, May 2022, doi: 10.3390/ma15093384.

[122] S. Boualleg, M. Bencheikh, L. Belagraa, A. Daoudi, and M. A. Chikouche, “The Combined Effect of the Initial Cure and the Type of Cement on the Natural Carbonation, the Portlandite Content, and Nonevaporable Water in Blended Cement,” *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2017, pp. 1–17, 2017, doi: 10.1155/2017/5634713.

[123] J. S. Guédon-Dubied, G. Cadoret, V. Durieux, F. Martineau, P. Fasseu, and V. van Overbecke, “Study on Tournai limestone in Antoing Cimescaut Quarry–petrological, chemical and alkali reactivity approach,” in *Proceedings of the 11th international conference on AAR in concrete, Quebec City, Canada*, 2000, pp. 335–344.

[124] JM. MECHLING, A. LECOMTE, M. CYR, and D. BULTEEL, “RECYBETON Thème 2 : Alcali-réaction (applicabilité de la démarche RAG),” 2015.