



Matériaux de Construction – Rencontres AUGC 2015 • Bayonne

MORTIERS À BASE D'UNE FINE ISSUE DU RECYCLAGE D'UNE PÂTE DE CIMENT : IMPACT DU DOSAGE EN FINE SUR LES PROPRIÉTÉS PHYSICO-CHIMIQUES

PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES OF MORTARS WITH RECYCLED CEMENT PASTE FINE

A. BORDY¹, A. YOUNSI², B. FIORIO¹, S. AGGOUN¹

¹ Université de Cergy-Pontoise, L2MGC, 5 Mail Gay-Lussac, 95031 Cergy-Pontoise Cedex, France,
arthur.bordy@u-cergy.fr, bruno.fiorio@u-cergy.fr, salima.aggoun@u-cergy.fr

² Université de La Rochelle, CNRS, LaSIE UMR-7356, Avenue Michel Crépeau, 17042 La Rochelle Cedex 1, France,
akli.younsi@univ-lr.fr

1. INTRODUCTION

En France métropolitaine, le « Syndicat Français de l'Industrie Cementière – SFIC », indique que la production cimentière en 2014 s'élevait à plus de 16,42 millions de tonnes [SFIC 15]. Selon le « United State Geological Survey – USGS » (Institut d'études géologiques des États-Unis), la production mondiale de ciment s'élevait la même année à 4,18 milliards de tonnes, et avait doublé en 10 ans [USGS 15]. Ces quantités considérables de ciment pro-

duites engendrent, en plus de la diminution irréversible des ressources naturelles, une empreinte écologique importante liée à l'énergie consommée pour produire le clinker (composant essentiel du ciment). Des études ont notamment montré que la quantité de CO₂ émise lors de la fabrication du ciment a atteint, en Europe, une moyenne de 600 kg par tonne de clinker produite [HAB 08]. De ce fait, le ciment apparaît comme un paramètre clé pour réduire les émissions de CO₂ et l'impact sur l'environnement de la construction à base de matériaux cimentaires (essentielle-

ment du béton), pour laquelle le ciment représente la source principale d'émission de gaz à effet de serre [HAB 10].

Substituer, lors de la fabrication de matériaux cimentaires, une partie de leur ciment par des fines issues du recyclage du béton de déconstruction constitue donc une solution pour contribuer à diminuer l'impact sur l'environnement de ces nouveaux matériaux, pour limiter le recours systématique aux ressources naturelles, et pour réduire les surfaces réservées au stockage des déchets de démolition. C'est dans ce contexte que se situent les travaux de cette étude, pour laquelle des mortiers ont été formulés en remplaçant tout ou partie de leur ciment Portland par une fine issue du recyclage d'une pâte de ciment durcie et bien hydratée. La fine a été fabriquée par concassage et broyage d'une pâte de ciment durcie, elle-même fabriquée et conservée en laboratoire. L'utilisation d'une telle fine permet de s'affranchir de la variabilité des paramètres et autres propriétés physico-chimiques inhérente à l'usage de matériaux issus de la déconstruction. L'emploi de la fine recyclée sans prétraitement thermique, donc *a priori* inerte, risque cependant de ralentir l'hydratation des mortiers (notamment à forts taux de substitution), et d'altérer par conséquent leurs propriétés (particulièrement la microstructure). L'hydratation, la porosité totale ainsi que la résistance à la compression de mortiers formulés avec des taux de substitution massiques du ciment Portland allant de 0 à 100 % ont donc été étudiées en vue d'analyser l'impact de la teneur en fine recyclée, et de se positionner alors par rapport à la faisabilité de matériaux cimentaires contenant une fine issue du broyage d'une pâte de ciment. La campagne expérimentale réalisée a par ailleurs été étendue à des pâtes de ciment équivalentes en vue d'affiner l'analyse des résultats obtenus sur mortiers.

2. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL

2.1. Matériaux

Les différents mortiers de cette étude ainsi que leurs pâtes de ciment équivalentes ont été fabriqués à base d'un ciment Portland CEM I 52,5 N, dont les principales propriétés physiques sont données dans le tableau 1 et la courbe granulométrique sur la figure 1.

Les formulations des mortiers et pâtes équivalentes ont été réalisées en remplaçant une partie, ou la totalité, du ciment Portland par une fine (Tableau 1) issue du concassage, broyage puis tamisage à $80 \mu\text{m}$ d'une pâte de ciment durcie et bien hydratée. Dans la suite, la fine sera notée

« FPO » (Fine de Pâte d'Origine). La pâte d'origine a été confectionnée en laboratoire à partir du même ciment Portland CEM I 52,5 N et avec un rapport E/C de 0,3. Une telle valeur de E/C permet de limiter le ressuage et la ségrégation de la pâte de ciment et d'obtenir ainsi une pâte bien homogène. Avant concassage à l'âge de 90 jours, la pâte recyclée a été démoulée à 1 jour puis conservée sous eau à $20 \pm 1^\circ\text{C}$. A noter que l'utilisation de la fine « FPO » ainsi obtenue permet de s'affranchir de la variabilité des paramètres et autres propriétés physico-chimiques inhérente à l'usage de matériaux issus de la déconstruction. La granularité de la fine « FPO » a par ailleurs été choisie quasi identique à celle du ciment Portland (Figure 1), et ce, afin de s'affranchir partiellement de l'effet granulaire. Toutefois, les surfaces spécifiques de « FPO » et du ciment, mesurées par la méthode Blaine, se sont révélées différentes (Tableau 1).

Du sable silico-calcaire 0/4 mm a été utilisé pour la fabrication de tous les mortiers étudiés.

Huit mortiers ont été formulés avec des taux de substitution massiques du ciment Portland par la fine « FPO » allant de 0 à 100 %, un rapport eau sur liant constant ($E/L = 0,45$), un volume de pâte constant ($V_p = 0,46 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^3$) ainsi qu'une quantité de sable constante (1382 kg pour un 1 m^3 de mortier). Les mortiers sont notés Mi où « i » est le pourcentage de substitution. A noter que les affaissements au mini-cone se sont révélés identiques ($A_{ff} = 5,3 \pm 0,4 \text{ cm}$) pour tous les mortiers. Comme complément à l'étude sur mortiers, et afin d'affiner l'analyse des résultats, la campagne expérimentale a été étendue à des pâtes de ciment équivalentes formulées avec les mêmes compositions que les pâtes des différents mortiers. Les pâtes équivalentes sont notées Pi, où « i » est le taux de substitution (Tableau 2).

2.2. Protocoles expérimentaux

Une analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée à $10^\circ\text{C}/\text{min}$ [LOU 96] sur une poudre « FPO » d'environ 100 mg issue de la pâte d'origine conservée 90 jours dans l'eau à $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Le but a été de mesurer le degré d'hydratation de « FPO » et de le comparer ensuite au degré d'hydratation ultime théorique. Cela permet de vérifier si la conservation de 90 jours sous eau a été suffisante pour obtenir une pâte d'origine bien hydratée. Le degré d'hydratation mesuré renseigne à son tour sur une éventuelle présence de phases anhydres résiduelles (ciment anhydre) dues à l'arrêt de l'hydratation avant qu'elle ne soit complète. La mesure ATG sur la fine « FPO » a été couplée à une analyse au microscope électronique à balayage (MEB)

	Ciment	FPO
Masse volumique absolue mesurée au pycnomètre à Hélium [Kg/m^3]	3100	2800
Surface spécifique Blaine [cm^2/g]	4400	5600

Tableau 1 : Propriétés physiques du ciment Portland et de la fine « FPO ».

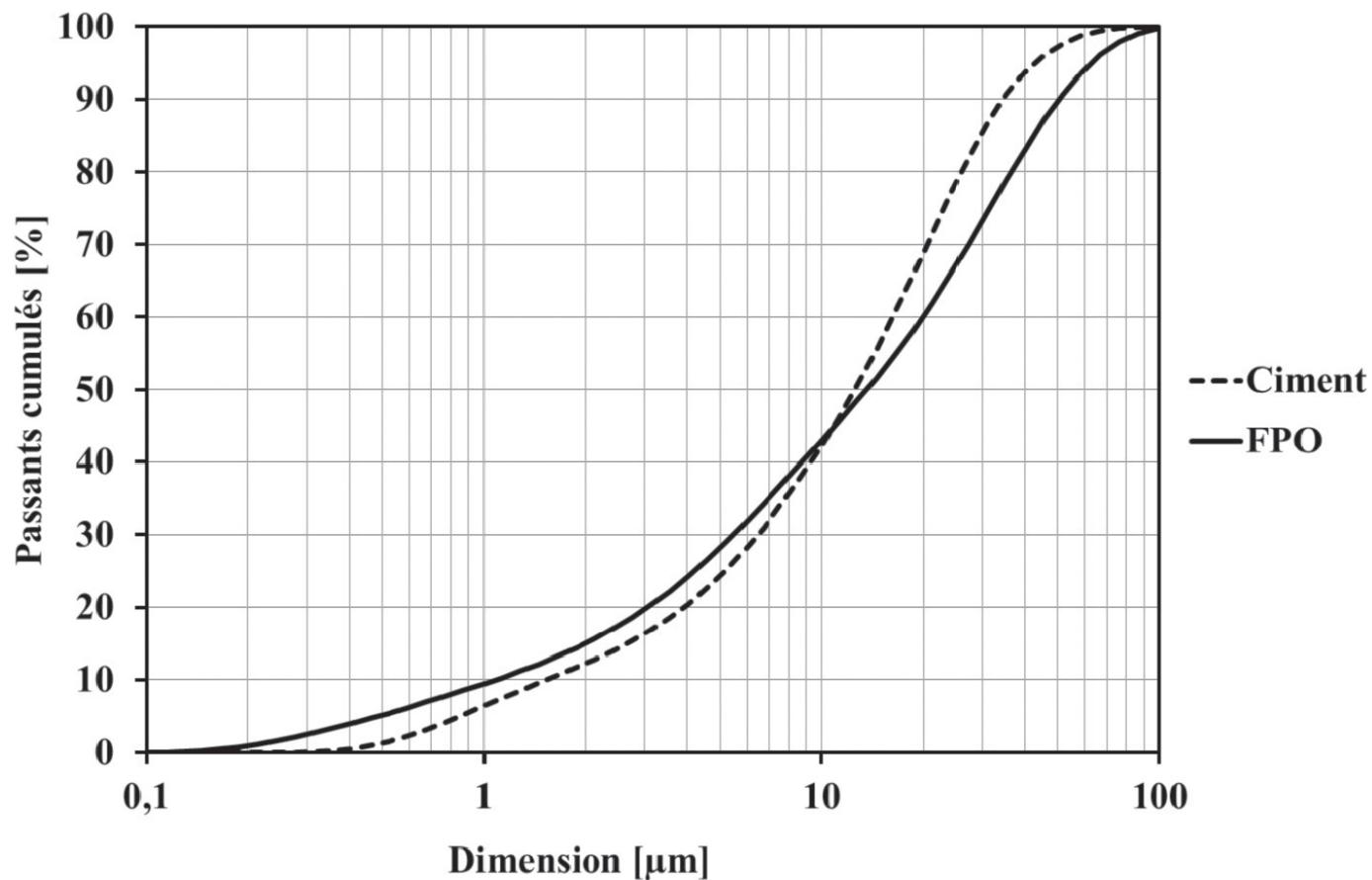


Figure 1 : Courbes granulométriques du ciment Portland et de la fine « FPO » déterminées par granulométrie laser par voie sèche.

Mortiers	M0	M10	M20	M30	M40	M50	M75	M100
Ciment	595	534	472	411	351	291	144	0
FPO	0	59	118	176	234	291	432	570
Eau efficace	268	267	266	264	263	262	259	257
Pâtes équivalentes	P0	P10	P20	P30	P40	P50	P75	P100
Ciment	1294	1160	1026	894	763	633	313	0
FPO	0	129	257	383	509	633	939	1240
Eau efficace	583	580	577	575	572	570	564	558
FPO/(FPO+C) [-]	0	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50	0,75	1

Tableau 2 : Composition des mortiers et de leurs pâtes de ciment équivalentes [kg/m³].

réalisée sur une lamelle de la pâte de ciment à l'origine de la fine « FPO » (à l'âge de 90 jours). Les résultats du MEB permettent de détecter le ciment anhydre et d'en estimer la teneur par analyse d'images.

Des éprouvettes de mortier prismatiques 4X4X16 cm ont été fabriquées selon la procédure de la norme NF EN 196-1 (2006). Elles ont ensuite été démoulées à 1 jour puis conservées dans l'eau à $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Une partie de ces éprouvettes a été réduite en poudre à différents âges pour être testée à l'ATG. Une seconde partie a servi à mesurer la porosité accessible à l'eau à deux âges différents. Une der-

nière série a permis les mesures de résistances à la compression à différents âges. Des pâtes de ciment équivalentes ont été coulées dans des moules cylindriques de 3 cm de diamètre et 6 cm de hauteur, maintenus en rotation continue pendant les six premières heures suivant le coulage (durée de prise). Le dispositif de rotation, placé dans une salle à $20 \pm 1^\circ\text{C}$, permet d'éviter le ressuage et la ségrégation de la pâte de ciment [ALR 13]. Après démolage à 1 jour, les cylindres de pâte ont été conservés dans l'eau à $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Une première partie de ces cylindres a été réduite en poudre à différents âges pour les essais ATG,

tandis qu'une deuxième partie a permis de mesurer la porosité accessible à l'eau à deux âges différents.

Les mesures ATG ont été faites avec une vitesse de montée en température de 10 °C/min, sur des poudres de mortier et pâte équivalente de masse variant entre 100 et 200 mg. L'objectif a été de suivre l'évolution de la teneur en Portlandite formée à 1, 2, 3, 7, 28 et 90 jours et de voir l'effet du dosage en « FPO » sur l'hydratation. Pour mieux apprécier les cinétiques d'hydratation des matériaux à différentes teneurs en « FPO », des calorimétries semi-adiabatiques ont été réalisées sur des mortiers à une température de référence de 20 ± 1 °C.

Les essais de porosité accessible à l'eau ont été réalisés conformément à la norme NF P18-459 (2010), après 28 et 90 jours de cure sous eau, sur des échantillons de mortier et pâte équivalente découpés, respectivement, en cubes 4X4X4 cm et en cylindres de 3 cm de diamètre et 2 cm de hauteur. Ces essais permettent de déterminer l'influence de la teneur en « FPO » et de la durée de cure dans l'eau sur la porosité totale, un des principaux indicateurs de durabilité des matériaux cimentaires.

Enfin, les mesures de résistance à la compression ont été réalisées selon la norme NF EN 196-1 (2006) sur des éprouvettes de mortier prismatiques 4X4X16 cm. Le but a été de suivre la résistance à 1, 2, 3, 7, 28 et 90 jours, et de comparer les résultats obtenus pour différents dosages en « FPO », à ceux issus des mesures ATG et porosimétrie à l'eau.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1. Quantification de la phase anhydre résiduelle dans « FPO »

Le résultat de l'analyse thermogravimétrique (Figure 2) d'une poudre « FPO » d'environ 100 mg, issue d'une pâte de ciment conservée 90 jours dans l'eau à 20 ± 1 °C, permet de calculer son degré d'hydratation en rapportant la masse d'eau liée, à l'âge de 90 jours, à la masse d'eau nécessaire à l'hydratation complète du ciment, estimée par la formule de Bogue. Ainsi, on obtient un degré d'hydratation d'environ 68 %. Celui-ci est proche du degré d'hydratation ultime (quand l'hydratation est terminée mais pas nécessairement complète) calculé par les différentes formules de la littérature [POW 46, MIL 66]. À la lumière de ce résultat, on conclut que la fine « FPO » contient une phase anhydre résiduelle, dont il est possible d'estimer la quantité par l'analyse d'images obtenues au microscope électronique à balayage (MEB).

L'image MEB (Figure 3) d'une lamelle de pâte d'origine d'où est issue la fine « FPO », réalisée à l'âge de 90 jours, permet, en rapportant la quantité de nuance claire à la quantité de nuance plus sombre, de déterminer un ordre de grandeur de la teneur en ciment anhydre ; ce dernier étant associé à la nuance claire. On obtient alors environ 24 % de phases anhydres résiduelles (kg de ciment anhydre par kg de pâte). Donc, finement broyée, « FPO » serait assez

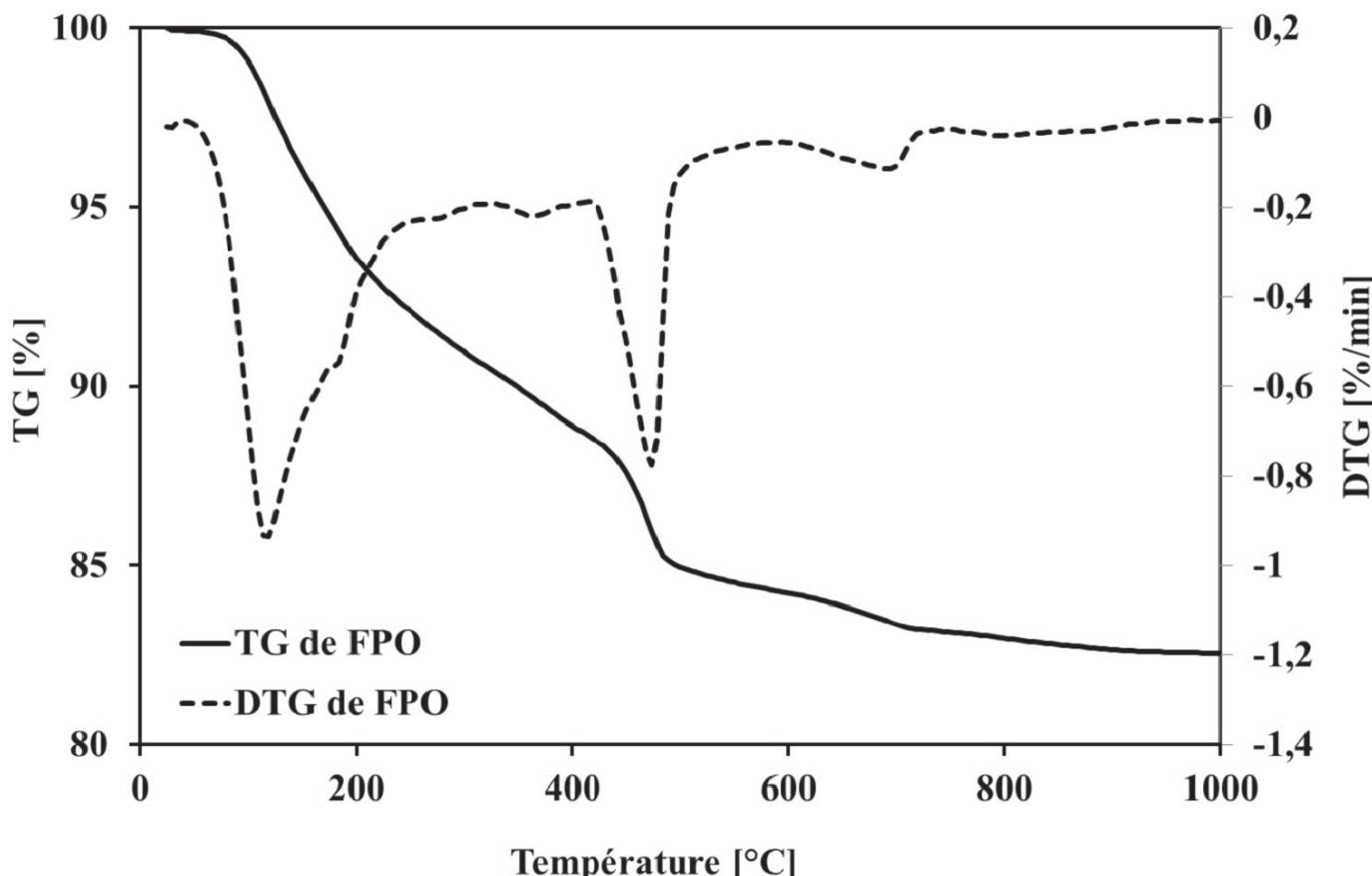


Figure 2 : Courbe de perte de masse (TG) et sa dérivée (DTG) de « FPO » obtenues par analyse thermogravimétrique à l'âge de 90 jours.

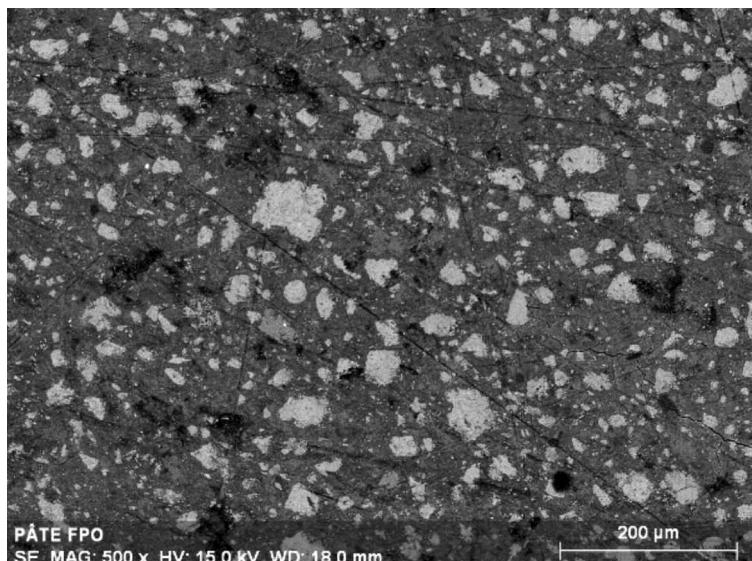


Figure 3 : Image au microscope électronique à balayage de la pâte à l'origine de « FPO » (mesure réalisée à l'âge de 90 jours).

réactive pour être employée dans une substitution partielle du ciment Portland lors de la formulation de matériaux cimentaires. L'analyse d'images a aussi permis d'estimer le degré d'hydratation de la pâte d'origine à environ 69 % (contre 68 % par ATG).

3.2. Impact du dosage en « FPO » sur l'hydratation

Les résultats des suivis, en fonction de la durée de cure dans l'eau à 20 ± 1 °C, de la quantité de Portlandite produite dans les mortiers et pâtes équivalentes (Figure 4) sont obtenus à partir d'analyses thermogravimétriques (ATG) réalisées sur des poudres de masse variant entre 100 et 200 mg. Les poudres ont été prélevées à différents âges sur des éprouvettes de mortier 4X4X16 cm ainsi que sur des cylindres de pâte de 3 cm de diamètre et 6 cm de hauteur. La quantité de Portlandite créée est calculée en soustrayant de la quantité totale mesurée les quantités de Portlandite initiales présentes dans le ciment Portland (très faible) ainsi que dans la fine « FPO », elles-mêmes mesurées par ATG (comme montré sur la figure 2). On constate que la

quantité de Portlandite formée est d'autant plus importante que la teneur en « FPO » est faible. En effet, plus le taux de substitution du ciment par « FPO » est élevé, moins le matériau (mortier ou pâte) contient de clinker, ce qui décroît l'hydratation et diminue par conséquent la formation de Portlandite [MOU 03]. Toutefois, jusqu'au taux de substitution de 75 %, la quantité de Portlandite mesurée correspond aux valeurs de la littérature obtenues sur des matériaux aux ciments composés formulés selon les prescriptions de la norme NF EN 206-1 [YOU 13]. Par ailleurs, en rapportant la quantité de Portlandite dans les mortiers à la quantité dans les pâtes équivalentes, on retrouve la valeur du volume de pâte dans les mortiers ($V_p = 0,46 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$). Ce constat est prévisible dans la mesure où le sable des mortiers est inerte et ne contribue donc pas à l'hydratation. Il est alors possible de déduire la teneur en hydrates des mortiers à partir d'essais sur leurs pâtes équivalentes.

La figure 5 montre les courbes de température au cœur des mortiers, mesurées à l'aide de calorimètres semi-adiabatiques, à une température de référence (initiale) de 20 ± 1 °C. Selon ces courbes, les températures maximales atteintes augmentent linéairement avec la teneur en clinker.

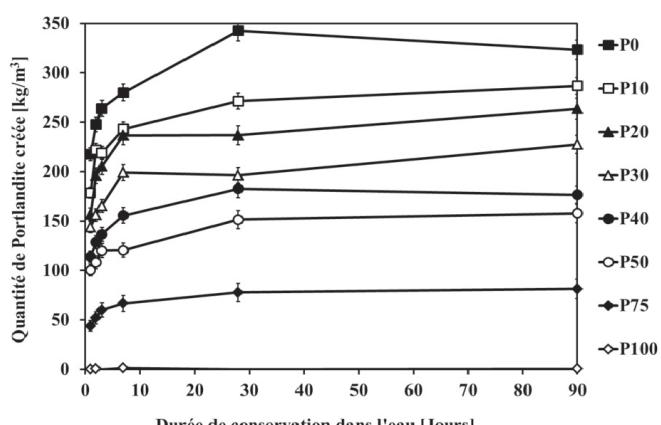
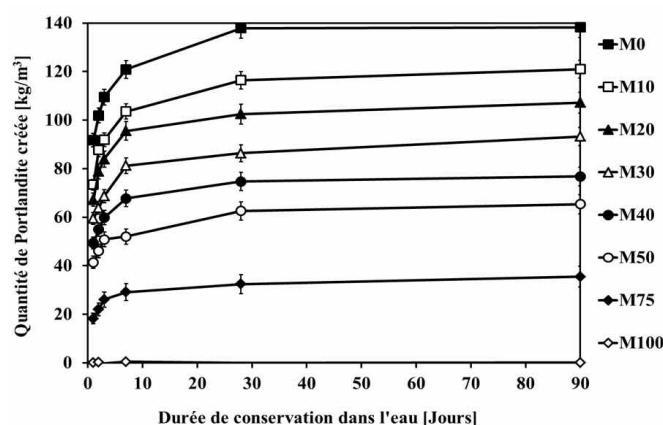


Figure 4 : Quantités de Portlandite créées dans les mortiers (à gauche) et pâtes de ciment équivalentes (à droite) en fonction de la durée de cure sous eau à 20 ± 1 °C.



Une température élevée est signe d'une forte réaction d'hydratation, se traduisant par une importante quantité d'hydrates formés. Les résultats des calorimétries (Figure 5) sont donc en accord avec les résultats d'ATG (Figure 4). À noter que le mortier M100 présente la plus faible température, donc la plus faible réaction d'hydratation, car il contient très peu de clinker ; ce dernier n'étant présent que dans la phase anhydre résiduelle. Le faible degré d'hydratation du mortier M100 expliquerait l'absence de Portlandite créée (non détectée à l'ATG) [MOU 03].

3.3. Impact du dosage en « FPO » sur la porosité globale

Les porosités accessibles à l'eau des mortiers et pâtes équivalentes (Figure 6) ont été mesurées sur des échantillons de mortier cubiques 4X4X4 cm et des cylindres de pâte de 3 cm de diamètre et 2 cm de hauteur, après 28 puis 90 jours de conservation dans l'eau à 20 ± 1 °C. Les résultats montrent que la porosité totale augmente linéairement avec le taux de substitution. Cela corrobore les résultats précédents. En effet, plus la teneur en « FPO »

dans le matériau cimentaire est importante, moins il contient de clinker, ce qui réduit la quantité de produits d'hydratation et conduit ainsi à une forte porosité. Les valeurs de porosité mesurées ici restent cependant du même ordre de grandeur que les résultats de la littérature [CHE 13]. On remarque par ailleurs que la porosité mesurée à 90 jours est plus faible qu'à 28 jours, et ce grâce à la réaction d'hydratation qui a continué de colmater la porosité avec des hydrates supplémentaires. La porosité ne devrait plus évoluer une fois que le matériau a atteint son degré d'hydratation ultime (en conservation sous eau, donc en absence de séchage et de carbonatation). Enfin, en comparant les résultats sur mortiers aux résultats sur pâtes, et en procédant de la même manière que pour les résultats d'ATG (Figure 4), le rapport de la porosité des mortiers à la porosité des pâtes équivalentes donne la valeur du volume de pâte dans les mortiers. Cela est encore une fois prévisible car la porosité du sable ainsi que les auréoles de transition sont trop faibles pour affecter la porosité totale du mortier. Il est donc possible de déduire la porosité totale des mortiers à partir de mesures sur pâtes équivalentes, comme souligné dans la littérature [HAM 09].

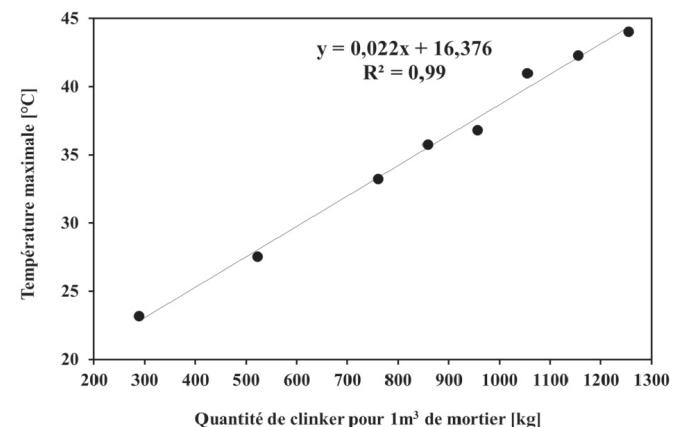
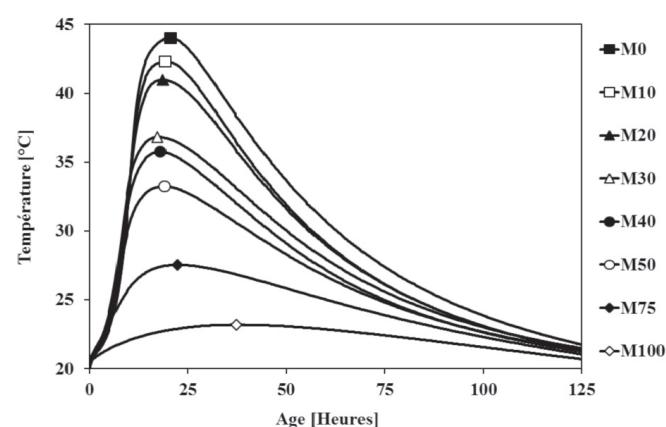


Figure 5 : Courbes de température des mortiers en fonction de l'âge obtenues à partir de calorimétries semi-adiabatiques réalisées à une température initiale de 20 ± 1 °C (à gauche), et températures maximales atteintes en fonction de la quantité de clinker (à droite).

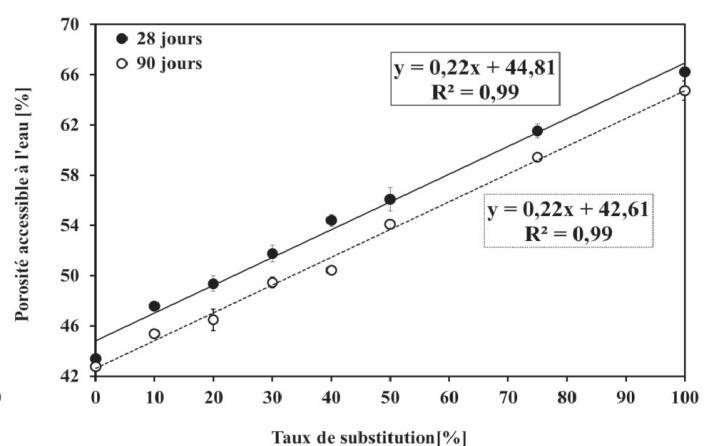
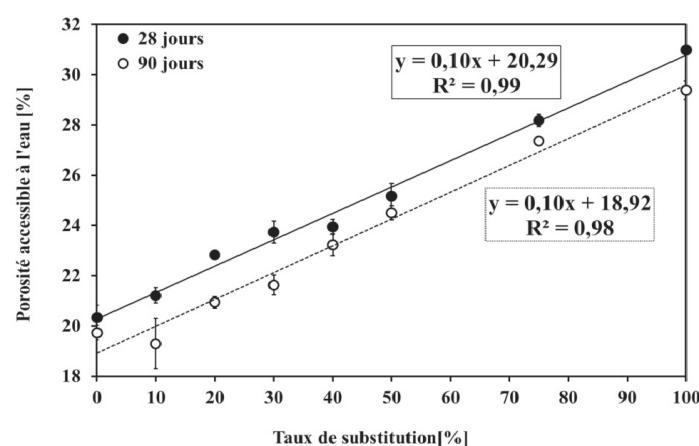


Figure 6 : Porosités accessibles à l'eau mesurées à 28 et 90 jours sur des échantillons de mortier (à gauche) et de pâte équivalente (à droite) conservés dans l'eau à 20 ± 1 °C.



3.4. Impact du dosage en « FPO » sur la résistance mécanique à la compression

Le suivi de l'évolution de la résistance à la compression en fonction de l'âge des mortiers (Figure 7) a été réalisé sur des éprouvettes prismatiques 4X4X16 cm conservées dans l'eau à $20 \pm 1^\circ\text{C}$. Les résultats obtenus montrent que la résistance à la compression est d'autant plus importante que la teneur en fine « FPO » est faible. En effet, plus le mortier contient de « FPO », moins il a de clinker, ce qui réduit l'hydratation, augmente la porosité (Figure 6) et décroît par conséquent la résistance mécanique. La figure 7 (de droite) montre d'ailleurs clairement que la résistance à la compression diminue avec l'augmentation de la porosité totale. A noter cependant que, jusqu'au taux de substitution de 75 %, la résistance mesurée correspond aux valeurs de la littérature [CHE 13].

4. CONCLUSION

Une étude expérimentale a été menée sur des mortiers et pâtes de ciment équivalentes formulés en remplaçant, à des taux massiques allant de 0 à 100 %, le ciment Portland par une fine obtenue par concassage, broyage puis tamisage à $80 \mu\text{m}$ d'une pâte de ciment durcie, fabriquée et conservée en laboratoire. Les principaux résultats de ce travail sont les suivants :

- Une analyse thermogravimétrique (ATG) de la fine recyclée, couplée à une analyse d'images au microscope électronique à balayage (MEB), a montré la présence d'environ 24 % de phases anhydres résiduelles dans la fine, ce qui lui permet d'acquérir des propriétés hydrauliques ;
- Des ATG sur mortiers et pâtes équivalentes à différents âges ont montré que la quantité de Portlandite créée lors d'une hydratation sous eau est inversement proportionnelle au dosage en fine recyclée. Jusqu'au taux de substitution de 75 %, la quantité de Portlandite reste conforme aux valeurs de la littérature ;

- Des calorimétries semi-adiabatiques ont montré que les températures maximales atteintes lors de la prise sont inversement proportionnelles au dosage en fine ;
- Des porosimétries à l'eau des mortiers et pâtes équivalentes ont montré que la porosité totale augmente linéairement avec le dosage en fine, et que toutes les porosités mesurées sont du même ordre de grandeur que celles issues de la littérature ;
- Des mesures de résistance à la compression sur mortiers à différents âges ont montré que la résistance diminue quand le dosage en fine augmente. Par ailleurs, jusqu'au taux de substitution de 75 %, les résistances correspondent aux valeurs de la littérature.

Ces résultats, qui concernent l'hydratation, la porosité totale, et la résistance à la compression, tendent à montrer qu'il est possible de fabriquer des mortiers en substituant, avec un taux massique pouvant atteindre 75 %, le ciment par une fine obtenue par concassage et broyage, sans pré-traitement thermique, d'une pâte de ciment durcie. Des études approfondies restent maintenant nécessaires afin d'analyser le comportement à long terme de ces nouveaux matériaux, notamment en ce qui concerne leur durabilité. Ces études devront également être étendues à des fines issues du broyage de bétons récupérés sur chantiers de démolition.

5. BIBLIOGRAPHIE

- [ALR 13] Alrifai A., Aggoun S., Kadri A., Kenai S., Kadri E., « Paste and mortar studies on the influence of mix design parameters on autogenous shrinkage of self-compacting concrete », Construction and Building Materials, vol. 47, 2013, p. 969-976.
- [CHE 13] Chen X., Wu S., Zhou J., « Influence of porosity on compressive and tensile strength of cement mortar », Construction and Building Materials, vol. 40, 2013, p. 869-874.
- [HAB 08] Habert G., Roussel N., « Comment concevoir un béton ayant un faible impact environnemental ? », XXVI^e Rencontres Universitaires de Génie Civil, Nancy, 4-6 juin 2008.
- [HAB 10] Habert G., Billard C., Rossi P., Chen C., Roussel N., « Cement production technology improvement compared to

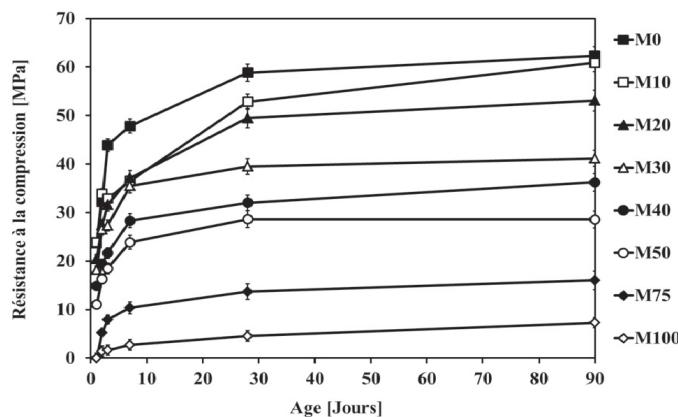
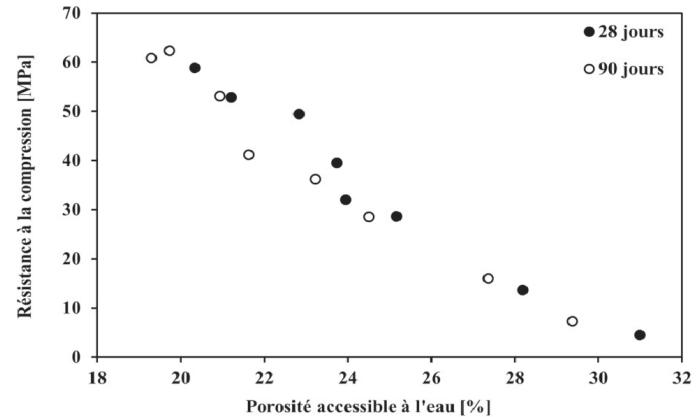


Figure 7 : Résistances à la compression des mortiers en fonction de l'âge (à gauche) et de la porosité accessible à l'eau à 28 et 90 jours (à droite).





- factor 4 objectives », Cement Concrete Research, vol. 40, 2010, p. 820-826.
- [HAM 09] Hamami A. E. A., « Vers une prédition de la perméabilité au gaz à partir de la composition des matériaux cimentaires » Thèse de Doctorat de l'Université de La Rochelle, 2009.
- [LOU 96] Loukili A., « Étude du retrait et du fluage de bétons à ultra-hautes performances », Thèse de Doctorat de l'École Centrale de Nantes, 1996.
- [MIL 66] Mills R.H., « Factors influencing cessation of hydration in water cured cement pastes », Proceedings of the Symposium on the Structure of Portland Cement Paste and Concrete, n° 90, 1966, p. 406-424.
- [MOU 03] Mounanga P., « Comportement des matrices cimentaires au jeune âge : relation entre évolution chimique et déformations chimique et endogène », XXI^{es} rencontres universitaires de génie civil, 2003, p. 189-198.
- [POW 46] Powers T.C., Brownyard T.L., « Studies of the Physical Properties of Hardened Portland Cement Paste », Journal Proceedings, vol. 43, 1946, p. 249-336.
- [SFIC 15] Syndicat Français de l'Industrie Cimentière, <http://www.infociments.fr/publications/industrie-cimentiere/statistiques/st-g08-2014>.
- [USGC 15] United State Geological Survey, <http://www.usgs.gov>.
- [YOU 13] Younsi A., Turcry Ph., Aït-Mokhtar A., Staquet S., « Accelerated carbonation of concrete with high content of mineral additions: Effect of interactions between hydration and drying », Cement Concrete Research, vol. 43, 2013, p. 25-33.

