

# Projet de recherche et développement



*Stockage de CO<sub>2</sub> par carbonatation du béton recyclé*

## RAPPORT DE RECHERCHE / LIVRABLE

Étude paramétrique de l'évolution des propriétés des granulats recyclés lors de la carbonatation et élaboration d'une base de données collaborative des résultats.

**Auteur(s) / Organisme(s) :**

Sandrine BRAYMAND – ICube Université de Strasbourg  
Hugo Mercado Menoza - ICube Université de Strasbourg

**Contributeur(s) / Organisme(s) :**

Sébastien ROUX – IJL Université de Lorraine

**Thème de rattachement :**

Thème 1.1

Numéro de rapport FCARB/R/018

N° lettre de commande LC/19/FASTCARB/019

Date 25/07/23

Site internet : [www.fastcarb.fr](http://www.fastcarb.fr)

Plateforme collaborative : [www.omnispace.fr/fastcarb](http://www.omnispace.fr/fastcarb)

Président : Raoul de PARISOT

Directeur : Jean-Michel TORRENTI

Gestion administrative et financière : IREX ([www.irex.asso.fr](http://www.irex.asso.fr)), 9 rue de Berri 75008 PARIS, [contact@irex.asso.fr](mailto:contact@irex.asso.fr)



## Sommaire

<b>Sommaire</b> .....	<b>3</b>
<b>Résumé/Abstract</b> .....	<b>6</b>
<b>Liste des Figures</b> .....	<b>8</b>
<b>Liste des Tableaux</b> .....	<b>10</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>11</b>
<b>Remerciements</b> .....	<b>12</b>
<b>1 Étude bibliographique des procédés statiques et dynamiques de carbonatation accélérée de granulats recyclés</b> .....	<b>13</b>
1.1 Réalisation et utilisation de cette étude bibliographique .....	13
1.2 Contexte .....	13
1.2.1 Quantification du taux de captage du dioxyde de carbone .....	14
1.2.2 Méthodes d'analyse du processus de carbonatation .....	14
1.3 Aspects liés à la carbonatation de granulats statiques .....	15
1.3.1 Paramètres en amont du traitement de carbonatation .....	15
1.3.2 Paramètres du procédé de carbonatation .....	16
1.3.3 Paramètres en aval du traitement de carbonatation .....	18
1.3.4 Variabilité des paramètres propres aux granulats recyclés.....	19
1.4 Aspects liés à la carbonatation de granulats en mouvement (dynamique)..	20
1.4.1 Contexte.....	20
1.4.2 Evaluation de l'efficacité par comparaison avec la carbonatation statique .....	20
1.4.3 Influence du taux de remplissage du réacteur.....	21
1.4.4 Influence de la vitesse de rotation du réacteur.....	22
1.4.5 Influence de la teneur en eau du matériau carbonaté.....	23
1.4.6 Influence de la pression partielle du CO <sub>2</sub> .....	23
1.4.7 Influence de la pression totale dans le réacteur .....	23
1.4.8 Influence de la température dans le réacteur .....	24
1.5 Références de l'étude bibliographique .....	24
<b>2 Campagnes d'essais menées à ICube</b> .....	<b>26</b>
2.1 Objectifs des trois campagnes essais.....	26
2.2 Matériaux des études.....	26
2.2.1 Composition des Bétons parents.....	26
2.2.2 Préparation des matériaux : conservation des bétons, concassage et conservation des GBR	27
2.3 Protocole de carbonatation .....	30
2.3.1 Préparation des GBR.....	30
2.3.2 Paramètres de réglage du procédé de carbonatation .....	32
2.3.1 Quantités de matériaux carbonatés dans l'enceinte par campagne .....	33

2.4	Paramètres de l'étude de sensibilité sur le protocole de carbonatation .....	33
2.5	Méthodes d'essais de caractérisation des granulats et de suivi de la carbonatation .....	34
2.5.1	Caractérisation des GBR et GBRCa .....	34
2.5.2	Suivi de la carbonatation .....	37
2.6	Résultats expérimentaux et analyses.....	37
2.6.1	Campagne 1 : BESITC (C1 à C3) .....	37
2.6.2	Campagne 2 : BESITC études de sensibilité .....	52
2.6.3	Campagne 3 : BT19.....	63
<b>3</b>	<b>Constitution d'une base de données de résultats d'essais sur la carbonatation de GBR .....</b>	<b>72</b>
3.1	Objectifs de la BDD et informations contenues dans la BDD.....	72
3.2	Élaboration de l'outil BDD .....	72
3.2.1	Explication de la BDD .....	72
3.2.2	Utilisation de la BDD.....	72
3.3	Résultats issus de la BDD.....	73
3.4	Traitement des résultats issus de la BDD .....	73
<b>4</b>	<b>Références (hors étude bibliographique) .....</b>	<b>75</b>
<b>5</b>	<b>Annexes .....</b>	<b>78</b>
	Annexe 1 : Compositions et résultats des essais à 21 mois sur les BT19.....	78
	Annexe 2 : Mode opératoire de concassage des BT19.....	87
	Annexe 3 : Précisions sur les méthodes de caractérisation des GBR et GBRCa de calcul de l'absorption .....	89
	Annexe 4 : Notice d'utilisation de la base de données .....	91
	1. Présentation générale.....	93
	2. Renseignement via un formulaire type.....	94
<b>a.</b>	<b>Renseigner une ligne dans un onglet type .....</b>	<b>94</b>
<b>b.</b>	<b>Rappeler une ligne dans un onglet type .....</b>	<b>95</b>
<b>c.</b>	<b>Modifier une ligne dans un onglet type.....</b>	<b>95</b>
	3. Renseignements via les onglets des pages de calcul .....	96
	4. Changer d'étape ou quitter le formulaire .....	96
	5.5. Particularités dans certains onglets .....	96
	6. Liste des formulaires .....	98
	7. Traitement des données – Tableau Croisé Dynamique .....	103
	8. Amélioration de l'outil : vos commentaires.....	106
	Annexe 5 : Articles de congrès publiés sur les campagnes d'essais .....	107
	RUGC 2022 .....	107

SYNECRETE 2023..... 111

## Résumé/Abstract

---

### Résumé

L'étude présentée dans ce rapport a pour premier objectif de proposer, pour un protocole de carbonatation défini, une analyse de l'évolution des propriétés physiques de GBR (notamment l'absorption W24) et de leurs variabilités. Son second objectif est de proposer une synthèse des études de la littérature et de certaines études des partenaires du GT1.1. L'objectif final est de proposer pour l'ensemble des données issues des études expérimentales (ICube ou partenaires) et des études de la littérature une analyse paramétrique et un traitement statistique.

Ainsi, à partir d'un protocole de carbonatation défini collectivement dans le GT1.1, plusieurs campagnes d'essais ont été menées au sein d'ICube pour mettre en application ce protocole sur des GBR issus de plusieurs bétons de compositions variable et sur des GBR de classes granulaires variable issus d'un béton de composition fixée. Il s'est par ailleurs avéré nécessaire de mener une étude de sensibilité sur les paramètres de ce protocole (charge de l'enceinte, taux de pré saturation, température dans l'enceinte, ...).

Lors de ces campagnes d'essais les propriétés des GBR et GBRCa ont été analysées et une étude de leur évolution et de l'évolution de leur variabilité au cours du processus de carbonatation a été faite. Il a entre autres été observé que l'absorption des GBRCa est systématiquement réduite (en moyenne 12% en valeur relative) et de façon plus marquée pour les petites classes granulaires. Les propriétés des GBR issus de béton formulés avec du CEM III sont moins modifiées par le traitement. La variabilité de l'absorption évolue en fonction de la composition du béton parent, elle peut ainsi diminuer ou augmenter. Un gain de masse est systématiquement obtenu au cours de la carbonatation mais son amplitude dépend de la composition du béton parent. Il a été observé que la résistance à l'usure des GBRCa est réduite. Il a également été observé que les conditions hydriques dans une enceinte de carbonatation (consigne donnée) sont difficilement stabilisable dès lors que des quantités non négligeables de GBR sont traités simultanément.

Parallèlement à ces travaux, un outil désigné "base de données Carbonatation GBR ICube" a été mis au point et alimenté par les données décrites ci-dessus. Cet outil permet également de classer et d'analyser les données renseignées

## Abstract

The first purpose of the study proposed in this report is to provide, for a defined carbonation protocol, an assessment of the evolution of the physical properties of RCA (in particular W24 absorption) and their variability. Its second aim is to propose a compilation of studies from the literature and from certain studies carried out by WG1.1 partners. The final objective is to provide a parametric analysis and statistical processing for all the data from experimental studies (ICube or partners) and literature studies.

Thus, on the basis of a carbonation protocol defined by the group in WP1.1, several experimental campaigns were carried out at ICube to apply this protocol to RCA produced from a number of concretes of varying composition and to RCA of different grading produced from a concrete of fixed composition. It was also necessary to carry out a sensitivity study on the parameters of this protocol (chamber load, pre-saturation rate, temperature in the chamber, etc.).

During these experimental studies, the properties of GBR and GBRCa were analysed and a study of their evolution and the evolution of their variability during the carbonation process was carried out. It was noted, among other things, that the absorption of GBRCa is systematically reduced (by an average of 12% in relative terms), and more significantly in the case of small granular classes. The properties of RCA produced from concrete formulated with CEM III are less modified by the treatment. The variability of absorption varies according to the composition of the parent concrete, and can therefore decrease or increase. A mass gain is systematically obtained during carbonation, but its amplitude depends on the composition of the parent concrete. It has been observed that the wear resistance of RCAC is reduced. It has also been observed that the moisture conditions in a carbonation chamber ("set point") are difficult to stabilise when a significant quantity of RCA are treated simultaneously.

In addition to this work, a tool designed as the "GBR ICube carbonation database" has been developed and updated with the data described above. This tool can also be used to classify and analyse the data provided.

## Liste des Figures

Figure 1 : Concasseur à mâchoires utilisé lors de l'étude.....	28
Figure 2 : Pré-concassage des BT19 .....	29
Figure 3 : Essai de compression (post-flexion) des BT19 .....	29
Figure 4 : Quartage des BT19 concassés .....	29
Figure 5 : Mise sous vides des BT19 pour conservation.....	30
Figure 6 humidification des granulats secs avant carbonatation.....	31
Figure 7 Enceinte de carbonatation de l'institut Jean Lamour de Nancy.....	33
Figure 8 Calcimètre de Bernard Echantillon avec une dose d'acide chloridrique.....	35
Figure 9 Evolution de l'absorption avant et après carbonatation par classe granulaire (C1 à C3) .....	38
Figure 10 Evolution de l'absorption WA <sub>48</sub> par tranche granulaire avant/après carbonatation	39
Figure 11 Evolution de l'absorption WA <sub>48</sub> avant et après carbonatation toute classe confondue .....	40
Figure 12 Évolution de l'absorption avant et après carbonatation par classe granulaire (C2 et C3).....	41
Figure 13 Évolution du MDS en fonction des classes granulaires (C1 à C3).....	41
Figure 14 Evolution du coefficient MDS en fonction de l'état de carbonatation et des classes granulaires .....	42
Figure 15 Évolution du MDS avant et après carbonatation toute classe confondue.....	42
Figure 16 Évolution du MDS en fonction des classes granulaires (C2 et C3).....	43
Figure 17 Gain de masse à l'issue de la carbonatation par classe granulaire (C1 à C4).....	44
Figure 18 Répartition du gain de masse après carbonatation en fonction des classes granulaires .....	44
Figure 19 Évolution du gain de masse par classe granulaire et essais de carbonatation.....	45
Figure 20 Evolution du ratio de carbonatation toute classe confondue .....	45
Figure 21 Evolution de la teneur en CaCO <sub>3</sub> par classe granulaire (C1 à C3) .....	47
Figure 22 Evolution de la teneur en CaCO <sub>3</sub> avant et après carbonatation par classe granulaire .....	47
Figure 23 Evolution de la teneur en CaCO <sub>3</sub> avant et après carbonatation toute classe confondue .....	48
Figure 24 Évolution de la teneur en CaCO <sub>3</sub> par classe granulaire (C2 et C3) .....	49
Figure 25 Essais de phénolphtaléine avant carbonatation.....	49

Figure 26 Essais de phénolphtaléine sur des échantillons de la carbonatation 1 .....	50
Figure 27 Variation de la teneur en eau par classe granulaire (C1 à C3).....	51
Figure 28 Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte (C1 à C3).....	52
Figure 29 : Absorption et variabilité après carbonatation C6 réf BESITC .....	53
Figure 30 : Absorption et variabilité après carbonatation C7 quantité enceinte BESITC .....	54
Figure 31 : Absorption et variabilité après carbonatation C10 50°C BESITC .....	55
Figure 32 : Absorption et variabilité après carbonatation C9 différentes w ini BESITC .....	56
Figure 33 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C6 réf BESITC.....	58
Figure 34 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C7 quantité enceinte BESITC..	58
Figure 35 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C10 teneur en eau initiale BESITC .....	58
Figure 36 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C9 différentes w ini BESITC...	59
Figure 37 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C6 réf BESITC .	60
Figure 38 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BECITC C6 réf...	60
Figure 39 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C7 quantité enceinte BESITC .....	60
Figure 40 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BECITC C7 .....	61
Figure 41 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C10 BESITC.....	61
Figure 42 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BECITC C10 .....	61
Figure 43 Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C9 BESITC.....	62
Figure 44 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BECITC C9 .....	62
Figure 45 : Absorption et variabilité après carbonatation - BT19.....	63
Figure 46 : Prise de masse et variabilité après carbonatation - BT19 .....	64
Figure 47 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation - BT19.....	65
Figure 48 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BECITC BT19....	65
Figure 49 Contrôle pH sur échantillons non carbonatés BT19-1 (gauche) ; BT19-2 (milieu) ; BT19-3 (droite) .....	66
Figure 50 Teneur en CaCO <sub>3</sub> ou CO <sub>2</sub> des BT19 -1 à 3 non carbonatés .....	66
Figure 51 Contrôle pH sur échantillons carbonatés BT19-1 (gauche) ; BT19-2 (milieu) ; BT19-3 (droite).....	67
Figure 52 Teneur en CaCO <sub>3</sub> ou CO <sub>2</sub> des BT19 -1 à 3 carbonatés .....	67
Figure 53 Évolution de la teneur en CaCO <sub>3</sub> ou CO <sub>2</sub> des BT19 -1 à 3 .....	68
Figure 54 Évolution de la teneur en CaCO <sub>3</sub> des BT19 .....	70
Figure 55 Évolution de la teneur en CO <sub>2</sub> des BT19.....	70
Figure 56 : Accès au TCD de traitement des données de la BDD .....	73

Figure 57 : TCD - identification de l'origine des paramètres d'entrée .....	73
Figure 58 : BDD/TCD - exemple de traitement de données - Classe granulaire 10/14 / absorption / détail expérience.....	74
Figure 59 : BDD/TCD - exemple de traitement de données – traitement global des données d'absorption par classe granulaire.....	74
Figure 60 Echantillonnage pour l'essai d'absorption et masse volumique.....	89

## Liste des Tableaux

Tableau 1 : Composition des BESITC .....	26
Tableau 2 : Paramètres de formulation des BT19 .....	27
Tableau 3 : Formulations des BT19 .....	27
Tableau 4 : Quantité de matériaux carbonatés .....	33
Tableau 5 : Etude initiale BESITC - Prises d'essais pour absorption .....	34
Tableau 6 Evolution des masses volumiques et de l'absorption par classe granulaire .....	39
Tableau 7 Evolution toutes classes confondues de $WA_{48}$ , $\rho_a$ , $\rho_{rd}$ , et $\rho_{ssd}$ .....	40
Tableau 8 Evolution du MDS avant et après carbonatation par classe granulaire.....	42
Tableau 9 Evolution globale du coefficient MDS.....	43
Tableau 10 Gain de masse par classe granulaire (C1 à C3).....	45
Tableau 11 Gain de masse par classe granulaire (C2 et C3).....	46
Tableau 12 Évolution de la teneur en $CaCO_3$ par classe granulaire.....	47
Tableau 13 Evolution globale de la teneur en $CaCO_3$ .....	48
Tableau 14 Analyse des surfaces réactives à la phénolphtaléine .....	50
Tableau 15 : Comparaison des mesures d'absorption sur échantillons non carbonatés des deux campagnes d'essais sur BESITC .....	52
Tableau 16 Teneur en $CaCO_3$ ou $CO_2$ des BT19 -1 à 3 non carbonatés .....	66
Tableau 17 Teneur en $CaCO_3$ ou $CO_2$ des BT19 -1 à 3 carbonatés .....	67
Tableau 18 Évolution de la teneur en $CaCO_3$ ou $CO_2$ des BT19 -1 à 3.....	68
Tableau 19 Évolution de la teneur en $CaCO_3$ ou $CO_2$ des BT19.....	69

## Introduction

La majorité des études menées sur la carbonatation accélérée des granulats recyclés de béton dans le cadre du projet FastCarb ont eu pour objectif d'optimiser les paramètres de carbonatation afin de favoriser le captage du CO<sub>2</sub> tout en caractérisant certaines propriétés des granulats recyclés avant et après traitement.

L'étude proposée dans ce rapport est complémentaire à ces travaux. Elle a pour premier objectif de proposer, pour un protocole de carbonatation défini (optimisé dans le cadre des travaux du GT1.1.), une analyse de l'évolution des propriétés physiques de GBR (notamment l'absorption W24) et de leurs variabilités. Son second objectif est de proposer une synthèse des études de la littérature et de certaines études des partenaires du GT1.1 qui n'ont pas directement fait l'objet d'un rapport de recherche spécifique. L'objectif final est de proposer pour l'ensemble des données issues des études expérimentales (ICube ou partenaires) et des études de la littérature une analyse paramétrique et un traitement statistique.

Pour y parvenir, la méthodologie suivante a été adoptée :

1. À partir d'un protocole de carbonatation défini collectivement dans le GT1.1, plusieurs campagnes d'essais ont été menées au sein d'ICube pour mettre en application ce protocole sur des GBR issus de plusieurs bétons de compositions variable et sur des GBR de classes granulaires variable issus d'un béton de composition fixée. Il s'est par ailleurs avéré nécessaire de mener une étude de sensibilité sur les paramètres de ce protocole (charge enceinte, taux de pré saturation, température dans l'enceinte, ...).

2. Un outil désigné "base de données Carbonatation GBR ICube" a été mis au point dans le but d'être alimenté par les données décrites ci-dessus et de permettre une analyse avec une approche statistique d'une partie des résultats.

L'objectif de l'étude initiée en 2019 a évolué au cours de la réalisation du projet FastCarb afin de tenir compte des évolutions des actions menées au sein du GT11. et des décisions prises.

Premièrement, les paramètres de carbonatation accélérée ont été optimisés au sein du GT11 tout au long de l'étude. Ainsi, il a fallu du temps pour obtenir ces paramètres fixés, ils ont été revus plusieurs fois, de même que les méthodes de mesure des caractéristiques des GBR et GBRCa. De ce fait l'étude a été prolongée pour être menée en parallèle des travaux des partenaires du GT11. depuis 2019.

Deuxièmement, il avait été convenu que les bétons confectionnés au laboratoire ICube comme source de GBR, seraient envoyés aux partenaires du GT11 de façon à obtenir des résultats croisés sur ceux-ci. Cela a été fait mais en raison d'autres actions prioritaires menées dans le GT1.1., les résultats d'essais sur ces matériaux n'ont pas été transmis à ce jour.

En conséquence,

- L'étude a durée de 2019 à 2023.
- Seuls les résultats expérimentaux de 2 thèses (Marie Sereng et Farah Kaddah) ont été transmis par les partenaires pour alimenter la base de données.
- La bibliographie ayant été réalisée en première partie de l'étude, les études récentes bibliographique post 2021 ne sont pas intégrées à la BDD, ni au rapport.

Ainsi la base de données annexée à ce rapport contient les résultats de ces 2 thèses, de la bibliographie telle que décrite ci-dessus et des essais menés au sein d'ICube.

Les résultats des études menées au sein d'ICube font l'objet d'une analyse avec une approche statistique détaillée et illustrée et les autres résultats peuvent être analysés directement dans la base de données à l'aide de l'outil mis en place.

Ce rapport complète un premier rapport intermédiaire envoyé en mai 2020 après la réalisation de la base de données.

Ce rapport propose dans une première partie une étude bibliographique, puis les campagnes expérimentales sur les GBR issus de bétons fabriqués au laboratoire font l'objet de la deuxième partie, enfin la mise en place de la base de données, son mode d'utilisation et de traitement sont décrits en dernière partie de ce rapport.

## Remerciements

---

La plupart des campagnes d'essais a été réalisée au laboratoire IJL de l'université de Lorraine (non partenaire du projet mais une collaboration existe entre les chercheurs d'ICube responsables de cette étude et les chercheurs de l'IJL). Les chercheurs d'ICube impliqués dans cette étude tiennent à remercier le laboratoire et tout particulièrement Monsieur Sébastien Roux qui a participé aux essais, Monsieur Mechling, responsable de l'équipe pour avoir accueilli les chercheurs du laboratoire et Madame Diliberto pour les échanges scientifiques qui ont pu avoir lieu.

Par ailleurs nous tenons à remercier les différents Stagiaires qui ont contribué à ces études : Florian Schlupp, Lara Perrin , Léane Burckle, Leslie Laurent.

# 1 Étude bibliographique des procédés statiques et dynamiques de carbonatation accélérée de granulats recyclés

## 1.1 Réalisation et utilisation de cette étude bibliographique

Cette étude a été réalisée en mai 2021 et toutes les références citées ont été rentrées dans la base de données.

## 1.2 Contexte

Dans le cadre d'une démarche d'amélioration des propriétés des granulats recyclés (GR) via un procédé de carbonatation accélérée, différents types de techniques ont été envisagés (Fernández Bertos et al., 2004 et Jang et al., 2016). Cette démarche, positive en soi d'un point de vue environnemental car ouvrant la porte à une réutilisation optimisée des gravats issus de la démolition d'anciens ouvrages dans de nouveaux éléments structuraux, peut permettre de surcroît la séquestration du dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) présent dans l'atmosphère ou issu d'un processus industriel donné.

Néanmoins, force est de constater (ibid.) que l'efficacité des différentes techniques de carbonatation accélérée faisant l'objet des travaux de recherche – entre autres au moyen de : granulats statiques sans flux de CO<sub>2</sub>, granulats statiques avec flux de CO<sub>2</sub> dans l'enceinte de carbonatation, granulats statiques avec flux de CO<sub>2</sub> à travers les granulats (type cellule Cembureau), granulats dans tambour rotatif (dynamique)... – s'avère fortement tributaire de très nombreux **paramètres propres à chaque technique** (que l'on peut nommer **paramètres du procédé** tels que la durée du traitement, la pression totale et l'humidité relative dans l'enceinte, la pression partielle du CO<sub>2</sub>, l'éventuel débit des gaz à travers l'enceinte, l'éventuelle vitesse de rotation de l'enceinte, etc.).

Qui plus est, les **caractéristiques propres aux granulats recyclés traités et à leur conditionnement avant leur carbonatation** (c'est à dire des **paramètres amont** tels que l'état de carbonatation préalable, le degré de saturation, la granulométrie, les caractéristiques du matériau parent dont nature du ciment et nature des granulats, etc.) semblent avoir également une forte influence sur l'efficacité des techniques de carbonatation. Dans ce sens, certains travaux de recherche (cf. infra) préconisent la mise en œuvre de méthodes de prétraitement des granulats recyclés avant l'application du procédé de carbonatation (par exemple la mise sous vide, la mise à l'équilibre hydrique à humidité relative contrôlée, l'immersion préalable dans une solution d'hydroxyde de calcium, etc.). Ces méthodes permettraient en effet d'amplifier le phénomène de stockage de CO<sub>2</sub> ainsi que les effets bénéfiques vis-à-vis des propriétés physiques et mécaniques des granulats traités.

Un autre aspect lié à la variabilité des paramètres inhérents au traitement par carbonatation accélérée est celui qui concerne les **propriétés des granulats** – ainsi que des **matériaux poreux consolidés** fabriqués à partir de ceux-ci – **après le procédé de carbonatation**, qui permettent d'évaluer et quantifier l'efficacité d'une technique donnée (que l'on peut appeler **paramètres aval**). D'une manière générale (cf. infra), il apparaît que l'on peut scinder ces propriétés en deux : à savoir, (i) celles qui concernent les caractéristiques physiques (masse volumique, porosité, coefficient d'absorption d'eau) – associées notamment à la rhéologie et à la durabilité desdits matériaux, mais également aux caractéristiques de leurs interfaces dans des matériaux composites type béton armé –, et (ii) celles qui concernent leurs résistances mécaniques (dont la résistance à l'usure et la résistance à la fragmentation dans le cas des granulats). Il faut noter que certaines études (cf. infra) mettent en exergue une corrélation dans l'évolution des deux types de propriétés mentionnés en fonction des conditions du traitement, alors que d'autres font état d'une certaine divergence. Bien

évidemment, un autre paramètre essentiel d'évaluation, qui d'ailleurs n'est pas forcément corrélé aux précédents, est la quantification du taux de captage de CO<sub>2</sub> par les granulats soumis à un traitement de carbonatation accélérée donné.

Face à cet important éventail de variables, une recherche bibliographique permet immédiatement de mettre en lumière un manque notoire de consensus vis-à-vis de l'efficacité et la faisabilité des différentes techniques et, par voie de conséquence, de leurs différents paramètres de préparation, d'exécution et d'évaluation.

### 1.2.1 Quantification du taux de captage du dioxyde de carbone

Mis à part les propriétés physiques et mécaniques mentionnées ci-dessus – qui peuvent être déterminées au moyen d'essais normalisés, basés sur des concepts reconnus et largement standardisés, ce qui assure leur comparabilité –, un aspect mérite d'être souligné au sujet de la quantification du taux de captage de CO<sub>2</sub>. En effet, là aussi (dû au caractère complexe des relations physico-chimiques régissant la carbonatation des matériaux cimentaires au niveau microstructural) diverses approches ont été mises à l'œuvre.

Ainsi, certains auteurs (cf. par exemple Zhan et al., 2014) se sont basés sur la mesure directe du gain de masse des granulats pendant leur carbonatation (cf. aussi Thiery et al., 2013 sur la validité de cette approche). D'autres, ont fait appel à des méthodes thermogravimétriques (ATG) et à la mesure globale correspondante de perte de masse des granulats carbonatés dans un intervalle donné de température (entre 550 et 850 °C par exemple pour Fang et al., 2017 et pour Xuan et al., 2016). D'autres auteurs encore ont réalisé une analyse plus fine, en proposant des relations stœchiométriques (Zhang et al., 2015 et Thiery et al., 2013) – éventuellement à l'aide des techniques complémentaires telles que la spectroscopie de masse afin de tenir compte de la décomposition prématurée des certaines phases carbonatées métastables (vaterite, aragonite) lors d'une ATG (Thiery et al., 2013) – pour dissocier les quantités carbonatées provenant des principales phases du matériau d'origine (portlandite, CSHs, ettringite). En effet, on constate que, suivant leur provenance, les phases carbonatées ont des effets différents sur les propriétés de granulats après traitement (cf. infra).

Par ailleurs, il faut noter que différentes relations stœchiométriques ont été établies afin de quantifier le potentiel théorique de carbonatation d'un lot de granulats recyclés donné et de permettre ainsi la comparabilité entre plusieurs lots aux matériaux parents différents (Zhan et al., 2014 ; Fang et al., 2017 et Kashef-Haghighi & Ghoshal, 2010).

Enfin, Zhang et al. (2015) ont utilisé le profil de variation de température pendant le processus de carbonatation afin de mettre en évidence l'intensité des réactions de carbonatation (ces réactions étant exothermiques), mais aussi en tant qu'indice comparatif du taux de carbonatation de différents granulats recyclés.

### 1.2.2 Méthodes d'analyse du processus de carbonatation

En ce qui concerne toujours les **paramètres aval**, d'un point de vue des techniques d'analyse du processus de carbonatation, on peut mentionner que l'imagerie par MEB a été utilisée dans certains travaux afin d'étudier la morphologie des granulats recyclés avant traitement, ainsi que des phases carbonatées suivant les conditions du traitement de carbonatation (Pan et al., 2017 et Fernández Bertos et al., 2004), voire pour réaliser une analyse élémentaire (à l'aide de techniques analytiques telles la EDXS ou la XRF) visant à quantifier le degré de carbonatation.

D'un autre côté, d'autres auteurs ont fait appel à la DRX afin d'effectuer un suivi des phases métastables (cf. supra) le long du processus de carbonatation accélérée, ou encore pour identifier les sources des phases carbonatées (cf. supra) pendant le traitement (Pan et al., 2017 et Zhang et al., 2015). Dans un registre similaire, la spectroscopie FT-IR a permis, entre autres, de mettre en évidence la formation de gel de silice en tant que phase carbonatée issue d'un processus de carbonatation accélérée (Hidalgo et al., 2008 et Lo & Lee, 2002).

Finalement, le front de carbonatation des granulats a aussi été suivi par des méthodes plus conventionnelles, telles que la coloration par phénolphtaléine (Pan et al., 2017 et Zhang et al., 2015) ou la gammadensimétrie (Thiery et al., 2013).

## 1.3 Aspects liés à la carbonatation de granulats statiques

### 1.3.1 Paramètres en amont du traitement de carbonatation

#### 1.3.1.1 La granulométrie

Dans des conditions similaires, les fines ont en général tendance à atteindre un plus haut degré de carbonatation que les gros granulats (Fernández Bertos et al., 2004). Le taux de gain de masse relevé par Zhan et al. (2014), après traitement par carbonatation (sur des granulats statiques, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression d'environ 0,1 atm), augmente de 2,55 à 3,88 % lorsque la classe granulaire passe de 14-20 à 5-10 mm. Les auteurs attribuent ceci à une surface spécifique plus élevée. De leur côté et dans de conditions identiques, Fang et al. (2017) font état d'une augmentation exponentielle du taux de captage de CO<sub>2</sub> ; en passant d'environ 27 à presque 55 g/Kg pour des classes granulaires de 10-20 et 0-2,36 mm, respectivement. La raison avancée par ces auteurs est une teneur plus élevée (mesurée) en ciment des fines. En effet, on peut constater une corrélation directe entre la teneur en ciment et la taille moyenne des granulats recyclés d'une classe donnée (Fang et al., 2017).

#### 1.3.1.2 La teneur en eau

Il est bien connu que la carbonatation des matériaux cimentaires dépend du taux de saturation de leur réseau poreux (Ollivier et Vichot, 2008). D'un côté, suffisamment d'eau est nécessaire à la dissolution du CO<sub>2</sub> et, a contrario, trop d'eau ralentit la diffusion du CO<sub>2</sub> à travers les pores.

D'une manière analogue à celle des matériaux cimentaires consolidés (béton ou mortier), une teneur en eau initiale (avant traitement par carbonatation) optimale semble prévaloir pour les granulats recyclés. Ceci semble logique compte tenu du mortier accolé (Xuan et al., 2016) et le ciment (Fang et al., 2017) existant inéluctablement dans les granulats recyclés.

En effet, Zhan et al. (2014) (cf. supra) font état d'une courbe typique en cloche avec un taux de gain de masse optimal de 1,67 % correspondant à une teneur en eau de 3,37 % (granulats entreposés à l'air ambiant, condition intermédiaire entre les deux autres conditionnements testés : granulats séchés en étuve à 105 °C et submergés en eau pendant 2 h). Une courbe similaire est constatée par Fang et al. (2017) (après traitement sur des granulats statiques, avec flux de CO<sub>2</sub> de 1 L/min dans l'enceinte de carbonatation à pression ambiante), donnant un taux de captage de CO<sub>2</sub> optimal d'environ 12 g/Kg pour une humidité relative dans l'enceinte de carbonatation d'environ 55 % (intermédiaire entre deux autres testées d'environ 5 et 95 %). Il faut signaler que, dans ce dernier cas, le conditionnement par humidité relative dans l'enceinte de carbonatation ne concerne pas un prétraitement des granulats, mais plutôt un paramètre du procédé de carbonatation. Néanmoins, ce conditionnement jouant un rôle direct sur le degré de saturation du réseau poreux des granulats, les résultats correspondants sont présentés dans cette partie du présent document.

De leur côté, la même tendance est dévoilée par Pan et al. (2017) (après prétraitement par immersion dans une solution d'hydroxyde de calcium et traitement sur des granulats statiques, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression ambiante), qui ont trouvé une teneur en eau optimale de 5 % associée à une porosité de 3,66% (des teneurs en eau de 2,5 et 7,5 % donnant des porosités de 6,01 et 4,36 %, respectivement).

#### 1.3.1.3 La porosité

Le rôle que joue la porosité dans la carbonatation des matériaux cimentaires consolidés est avéré (Kurdowski, 2014 ; Neville, 2000). Une faible porosité atténue la diffusion du CO<sub>2</sub> dans le matériau et conduit naturellement à une baisse du degré de carbonatation.

De même manière, la porosité des granulats recyclés aura un impact sur l'efficacité d'un procédé de carbonatation donné. En effet, Zhan et al. (2014) (cf. supra) ont montré que le taux de gain de masse semble être corrélé avec la porosité de granulats recyclés de même classe granulaire. Toutefois, cette corrélation n'étant pas linéaire, d'autres paramètres semblent se superposer. En effet, il est plausible qu'au fur et à mesure que l'état hydrique du matériau évolue (conditionné soit par une mise à l'équilibre hydrique à humidité relative contrôlée, soit par un degré de saturation contrôlée) et étant donné l'influence de la porométrie du matériau, un effet de seuil se produise. Ainsi, cet effet de seuil serait dû à la formation d'une barrière continue d'eau au sein de la famille porale prédominante du matériau à partir d'un état hydrique donné (en accord avec les courbes de sorption du matériau). Cette barrière ayant été formée, la diffusion du CO<sub>2</sub> se voit abruptement ralentie, à un taux visiblement plus important que celui généré par la diminution de la porosité elle-même.

#### 1.3.1.4 Le prétraitement des granulats

Plusieurs types de prétraitement des granulats ont été proposés dans la littérature (cf. par exemple les références dans Zhan et al., 2014 et Pan et al., 2017). Parmi ceux qui semblent avoir peu d'effets secondaires parasites et indésirables – tels qu'une augmentation de l'acidité de la solution porale des granulats par exemple (Tam et al., 2007) –, on peut citer notamment le prétraitement par immersion des granulats dans une solution d'hydroxyde de calcium avant leur traitement par carbonatation (Pan et al., 2017). Cette méthode favoriserait la formation de CaCO<sub>3</sub> lors du processus de carbonatation et permettrait une amélioration des propriétés des granulats à l'issue de ce processus.

Par ailleurs, on peut mentionner qu'un prétraitement par mise à l'équilibre hydrique à humidité relative contrôlée (Pan et al., 2017) équivaut à ajuster la teneur en eau initiale des granulats (dont l'influence sur l'efficacité du procédé de carbonatation a été discutée plus haut). On peut citer dans ce sens, le conditionnement des granulats recyclés pendant leur traitement par carbonatation à l'air ambiant effectué par Kikuchi et Kuroda (2011). Ce conditionnement a consisté en phases successives d'immersion dans de l'eau et de séchage. En effet, on peut imaginer que ce type de conditionnement pourrait favoriser : d'un côté, la dissolution de CO<sub>2</sub> lors des phases d'immersion et, d'un autre côté, la diffusion de celui-ci dans le matériau lors des phases de séchage. Finalement, une mise sous vide préalable des granulats (Zhan et al., 2014) pourrait faciliter la diffusion du CO<sub>2</sub> au sein du matériau, les pores ayant été vidés de leur phase gazeuse.

### 1.3.2 Paramètres du procédé de carbonatation

#### 1.3.2.1 La durée du traitement

L'évolution du front de carbonatation dans les matériaux cimentaires consolidés, dans des conditions hygrométriques constantes, suit une loi proportionnelle à la racine carrée du temps (Neville, 2000). Étant donné qu'un traitement donné par carbonatation agit sur le mortier accolé ou la pâte de ciment présents dans les granulats recyclés, il semble logique que l'évolution du degré de carbonatation de ceux-ci suive une loi de même type.

En effet, au moyen d'un procédé de carbonatation sur des granulats statiques, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression d'environ 0,1 atm, Fang et al. (2017) proposent une formule empirique en fonction de temps<sup>1/2</sup>. Ils constatent que, pour des granulats de classe 5-10 mm, plus de 75 % de la carbonatation potentielle (asymptote de la courbe de taux de captage de CO<sub>2</sub> en fonction du temps) a eu lieu dans les 5 premières heures du traitement.

Zhan et al. (2014) font un constat similaire sur des granulats de classe 10-14 mm. Leurs mesures, dans des conditions sensiblement identiques aux précédentes, montrent que l'asymptote de la courbe taux de gain de masse en fonction du temps est pratiquement atteinte au bout de 4 h de traitement.

Une analyse effectuée par Zhang et al. (2015) à partir de la mesure de la température au sein d'un échantillon de granulats recyclés – soumis à un procédé de carbonatation sur des

granulats statiques de classe 0,16-2,5 mm, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression d'environ 2 atm –, concluent que le pic d'activité due aux réactions de carbonatation a lieu dans les 20 premières minutes du traitement, suite auquel un ralentissement notoire des réactions se produit.

### **1.3.2.2 La pression partielle du CO<sub>2</sub>**

Une augmentation de la pression partielle du CO<sub>2</sub> lors d'un traitement par carbonatation peut augmenter le degré de carbonatation, ainsi que le taux de celle-ci (Fernández Bertos et al., 2004). Toutefois, l'effet de l'augmentation de la concentration en CO<sub>2</sub> au-delà d'un certain seuil semble avoir un effet négligeable (Castellote et al., 2009). Kashef-Haghighi et al. (2015) ont montré à partir de résultats expérimentaux, validés au moyen d'un modèle physique, qu'au-delà d'une concentration de CO<sub>2</sub> de 20 % le taux de carbonatation augmente effectivement, mais le degré de carbonatation, au bout d'une demie heure de traitement, ne subit pratiquement aucune variation. Selon lesdits auteurs, ceci est dû au fait que, malgré l'augmentation de la pression partielle de CO<sub>2</sub> qui contribue à la formation d'une plus grande quantité de phases carbonatées, les taux de dissolution des phases hydratés du ciment vont limiter néanmoins le taux de carbonatation. En plus, la formation de carbonate de calcium solide sur lesdites phases carbonatées inhibe la progression de la carbonatation et la fixation du CO<sub>2</sub>.

Fang et al. (2017) – au travers d'un traitement sur des granulats statiques de classe 5-10 mm, avec flux de CO<sub>2</sub> de 1 L/min dans l'enceinte de carbonatation à pression ambiante – ont trouvé que le taux de captage de CO<sub>2</sub> ; lorsque la concentration de celui-ci est de seulement 10 % ; correspond à plus de 85 % du taux de captage obtenu avec du CO<sub>2</sub> pur.

Pan et al. (2017), en testant des concentrations de CO<sub>2</sub> allant de 20 à 100 % lors d'un traitement sur des granulats statiques, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression ambiante ont trouvé que : (i) du point de vue de l'absorption d'eau des granulats après traitement, la concentration optimale était de 50 % ; et (ii) du point de vue de leur résistance à la fragmentation (crushing test), la concentration optimale était de 20 %.

### **1.3.2.3 La pression totale dans l'enceinte de carbonatation**

L'effet de la pression dans l'enceinte de carbonatation semble être similaire à celui de la concentration de CO<sub>2</sub>, et pour des raisons analogues. En fait, une augmentation de la pression semble favoriser l'arrivée d'une quantité plus importante de CO<sub>2</sub> au contact des phases réactives du ciment (telles le C<sub>3</sub>S et la portlandite : cf. Kashef-Haghighi et al., 2015), mais un effet de seuil semble se produire dû aux taux de dissolution desdites phases et à la formation de CaCO<sub>3</sub> solide autour d'elles.

Ainsi, Fang et al. (2017) – au moyen d'un traitement sur des granulats statiques de classe 5-10 mm, avec flux de CO<sub>2</sub> de 1 L/min dans l'enceinte de carbonatation – constatent que, le taux de captage de CO<sub>2</sub> avec une légère pression de 0,1 atm est environ 15 % plus importante que celui à pression ambiante, mais seulement 8 % inférieur à celui à une pression bien plus importante de 5 atm.

Zhan et al. (2014) utilisent pour leur traitement de carbonatation (cf. supra) une légère pression de 0,1 atm, alors que Zhang (2015) (cf. supra) appliquent une pression d'environ 2 atm.

On peut mentionner finalement, qu'un procédé de carbonatation en présence d'un déshydratant (gel de silice anhydre) sous vide (Venhuis & Reardon, 2001) ou sous pression (Zhan et al., 2014) semblerait permettre un plus haut degré de carbonatation car il favoriserait l'évacuation de la vapeur d'eau – produite à cause du caractère exothermique des réactions de carbonatation et susceptible de saturer le milieu – vers le déshydratant.

### 1.3.2.4 L'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation

Les conditions d'humidité dans l'enceinte de carbonatation ayant un impact direct sur la teneur en eau des granulats recyclés soumis à un traitement de carbonatation donné, une discussion à ce sujet a été faite plus haut.

### 1.3.2.5 Le flux de CO<sub>2</sub> au travers de l'enceinte de carbonatation

D'une manière analogue à celle concernant l'utilisation d'un déshydratant (cf. supra), un flux de CO<sub>2</sub> au travers de l'enceinte de carbonatation favoriserait le retrait de la vapeur d'eau produite pendant les réactions de carbonatation (Fernández Bertos et al., 2004). Les résultats obtenus par Fang et al. (2017), bien que très dispersés, semblent montrer qu'une augmentation du flux de CO<sub>2</sub> conduit à une augmentation du taux de captage de CO<sub>2</sub>. Toutefois, ces mêmes auteurs concluent que des procédés sous pression (même basse) sans flux de CO<sub>2</sub> semblent être plus efficaces que ceux avec un flux de CO<sub>2</sub> dans l'enceinte de carbonatation.

## 1.3.3 Paramètres en aval du traitement de carbonatation

L'impact de la carbonatation sur les propriétés physiques et mécaniques (notamment la porosité et la résistance mécanique) des matériaux cimentaires consolidés (béton, mortier) est reconnu (Ollivier et Vichot, 2008 ; Kurdowski, 2014). D'une manière générale, la porosité totale diminue et la porométrie est décalée vers des dimensions des pores plus élevées. Les pores plus larges ne sont pas particulièrement affectés, mais le volume des pores plus fins diminue (op. cit.). La résistance mécanique, elle, augmente mais éventuellement dans une mesure différente (Neville, 2000). Il faut noter toutefois qu'une augmentation de la porosité totale a été observée dans le cas de pâtes de ciment à haute teneur de laitier (75 %) (Kurdowski, 2014).

Logiquement, des effets analogues semblent se produire dans le cas des granulats recyclés après un traitement donné par carbonatation, agissant notamment sur le mortier accolé (ou la pâte de ciment) présents dans ce type de granulats.

### 1.3.3.1 Les propriétés physiques et mécaniques

D'une manière générale, la porosité des granulats recyclés tend à diminuer après un traitement par carbonatation (Fernández Bertos et al., 2004). Paradoxalement, la diffusivité du CO<sub>2</sub> à travers les matériaux cimentaires carbonatés augmente, certainement dû aux modifications dans la porométrie évoquées plus haut (Walton et al., 1997).

Zhan et al. (2014) – après traitement par carbonatation sur des granulats statiques de classe 5-20 mm, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression d'environ 0,1 atm – ont trouvé que les porosités accessibles à l'eau (suivant ASTM C642 - 13, 2013 sans la mise en ébullition de l'eau) de quatre types de GR allant de 15,66 à 13,84 % se sont réduites d'environ 20 % dans tous les cas après le procédé de carbonatation. La même diminution a été trouvée par ces auteurs concernant le coefficient d'absorption d'eau (suivant NF EN 1097-6, 2001). Par contre, pratiquement aucune variation des masses volumiques réelles (d'environ 2600 Kg/m<sup>3</sup> dans tous les cas) n'a été constatée. A partir de ces résultats, il semblerait que la masse volumique des granulats serait plutôt corrélée à leurs caractéristiques de résistance mécanique (cf. ci-dessous).

De leur côté, Pan et al. (2017) ont trouvé – au moyen d'un traitement par carbonatation sur des granulats statiques de classe inférieur à 4,75 mm, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression ambiante – que le coefficient d'absorption d'eau (égal à 4,35 % et mesuré selon de normes chinoises) diminue d'environ 15 %. Ici non plus, aucune variation n'a été constatée concernant la résistance à l'écrasement (« crushing test » selon de normes chinoises) des granulats (« crush value » d'environ 18 % avant et après traitement). Il faut remarquer toutefois que ces auteurs ont mis en évidence une amélioration de ladite résistance à l'écrasement, et aussi une diminution plus prononcée du coefficient d'absorption d'eau, après prétraitement des granulats par immersion dans une solution d'hydroxyde de calcium.

Zhang et al. (2015), en ayant testé deux types de GR aux bétons parents de résistance à la compression de 30 et 50 MPa – soumis à un procédé de carbonatation sur des granulats statiques de classe 0,16-2,5 mm, sans flux de CO<sub>2</sub> et sous pression d'environ 2 atm –, ont déterminé une diminution du coefficient d'absorption d'eau (8,06 et 8,70 % avant carbonatation) de 30 et 23% respectivement. Par ailleurs, une très légère hausse (5 % environ) de la masse volumique réelle (2500 Kg/m<sup>3</sup> initialement) a été constatée. Finalement, probablement grâce au type d'essai sous pression, une diminution d'environ 9 % de la résistance à l'écrasement a été observée.

On peut constater d'importantes différences entre l'évolution des caractéristiques physiques (porosité et coefficient d'absorption d'eau) et mécaniques (résistance à l'écrasement et masse volumique<sup>1</sup>) des granulats après leur carbonatation. Des éléments de réponse à ce sujet peuvent être trouvés en tenant compte de la physico-chimie du processus de carbonatation.

Premièrement, lors de ce processus, des phases cristallisées de calcite fines et denses (Fernández Bertos et al., 2004) vont se former autour des cristaux hexagonaux de portlandite, ce qui empêche le transfert des ions et, donc, la progression de la carbonatation de la portlandite (Thiery et al., 2013). Ceci peut se traduire en une diminution effective de la porosité (les molécules d'eau étant bloquées par les cristaux de calcite dense), mais peut avoir un effet plus nuancé sur la résistance mécanique (les cristaux de portlandite n'ayant pas été densifiés efficacement dans tout leur volume). Cet effet divergent peut encore être amplifié lors que la porosité initiale des granulats est élevée (ratios eau sur ciment élevés dans les matériaux parents). En effet, dans ce cas, des amas massifs de cristaux de portlandite peuvent être observés (Thiery et al., 2013). Ainsi, l'effet de réduction de l'accessibilité des ions se trouve exacerbé (il a été montré que la surface spécifique des cristaux de portlandite est inversement proportionnelle à leur taille moyenne). D'un autre côté, lorsque la porosité initiale des GR est très basse, les cristaux de portlandite sont certes plus petits mais ils sont aussi recouverts d'une couche plus dense de CSHs, ce qui les rend moins accessibles.

Un deuxième volet est celui qui concerne la carbonatation des CSHs, qui, avec la portlandite, sont les deux phases qui présentent les taux de carbonatation les plus élevés (Kashef-Haghighi et al., 2015) parmi les différents composants du ciment. En effet, suivant plusieurs auteurs (cf. par exemple Fernández Bertos et al., 2004 et Thiery et al., 2013), la carbonatation des CSHs engendre de la calcite, mais surtout résulte en leur décalcification sous forme de produits tels que du gel de silice ou encore du gel de silice hautement polymérisé. Ces produits étant peu denses (Ollivier et Vichot, 2008 ; Neville, 2000), un impact sur la résistance mécanique semble être plausible. Il faut noter que cet effet pourrait être particulièrement intensifié dans le cas de ciments Portland (Thiery et al., 2013) et pouzzolanique (Zhang et al., 2015). Toutefois, la décomposition des CSHs semble être sujette à controverse, certains auteurs (cf. références dans Zhan et al., 2014) ayant conclu que celle-ci est une réaction pseudomorphique qui n'engendre pas de modification dans le gel de CSH.

### 1.3.4 Variabilité des paramètres propres aux granulats recyclés

Aucune analyse à proprement parler n'a été trouvée sur la variabilité des propriétés des granulats recyclés en amont et en aval des traitements par carbonatation. Toutefois, on peut constater à partir des mesures relevées, que la variabilité en question ne semble pas être sensiblement modifiée, et donc, diminuée (Zhan et al., 2014, Tabs. 2 et 3).

---

<sup>1</sup> Bien que par définition la masse volumique puisse être considérée comme une propriété physique, il semblerait qu'elle soit plutôt représentative des propriétés mécaniques des GR au vu des tendances montrées dans cette section.

## 1.4 Aspects liés à la carbonatation de granulats en mouvement (dynamique)

### 1.4.1 Contexte

Dans ce deuxième volet de la présente étude bibliographique, qui vient compléter le précédent<sup>2</sup>, sont présentés certains aspects concernant les procédés de carbonatation de matériaux qui sont en mouvement lors du processus de carbonatation (**carbonatation dite dynamique**, dans un tambour rotatif par exemple), soit sous flux permanent de gaz réactant à travers le réacteur, soit lorsque ce gaz y est contenu, sans flux.

L'idée d'effectuer une carbonatation de roches magmatiques riches en magnésium ou calcium dans un four rotatif afin de séquestrer du dioxyde de carbone a déjà été proposée il y a plusieurs décennies par Lackner et al. (1995).

Force est de constater que la recherche bibliographique effectuée a permis de faire état de nombreux articles traitant de méthodes de carbonatation dynamiques appliquées en particulier à des résidus industriels d'incinération ou des sous-produits industriels. Dans ce sens, le but recherché par ladite carbonatation est notamment, soit d'enrichir la teneur en certains gaz spécifiques contenus dans le gaz réactant par consommation de CO<sub>2</sub> (augmentation de la teneur en méthane pour utilisation dans des centrales de production d'énergie, Lombardi et al., 2016), soit de réduire l'alcalinité et le potentiel de lixiviation (en termes d'éléments-trace métalliques) des résidus ou sous-produits (Brück et al., 2018).

Or, tel que montré par Brück et al. (2018), les mécanismes physiques mis en jeu par une méthode de carbonatation dynamique, et donc son efficacité, peuvent être très tributaires des propriétés physiques du matériau que l'on cherche à carbonater (granulométrie, teneur en eau, cohésivité, etc.), alors même que le processus chimique puisse rester pratiquement inchangé. C'est pourquoi, l'interprétation des observations reportées par la suite, vis-à-vis de la mise en place de procédés visant à carbonater des granulats recyclés de béton devrait s'effectuer avec précaution. Notamment, une phase expérimentale exploratoire dans le but de conforter les tendances escomptées semblerait indispensable.

### 1.4.2 Evaluation de l'efficacité par comparaison avec la carbonatation statique

D'une manière générale, le taux de captage de CO<sub>2</sub> ainsi que la cinétique des réactions semblent être plus importants lorsqu'un traitement par carbonatation dynamique est appliqué sur un matériau donné, par rapport à ceux obtenus par carbonatation statique sur le même matériau dans des conditions similaires par ailleurs (pression partielle de CO<sub>2</sub>, pression totale dans le réacteur, température).

Les travaux de Lombardi et al. (2016) leur ont permis de comparer deux types de traitement par carbonatation sous pression atmosphérique de mâchefers d'incinération de déchets ménagers (10 mm de taille maximale des granulats, 26,3% de teneur en eau et 13,08 de pH des lixiviats avant traitement). Leur traitement de type statique, mis en place par Mostbauer et al. (2008), comprenait un réacteur à lit fixe (statique) de matériau soumis à la carbonatation, au travers duquel un flux permanent de CO<sub>2</sub> pur avait lieu. La carbonatation dynamique, aussi sous flux permanent de CO<sub>2</sub> pur, était effectuée dans un réacteur à tambour rotatif équipé d'un convoyeur à vis pour favoriser le brassage du matériau. L'analyse comparative effectuée par Lombardi et al. (2016) leur a permis de constater que la carbonatation dynamique (avec un taux de remplissage du réacteur de 10%) pouvait générer un taux de captage jusqu'à 66% supérieur à celui obtenu par traitement statique. Il faut noter que, dans le cadre de l'essai statique, pratiquement aucun impact sur le taux de captage d'un

---

<sup>2</sup> La première partie de ce rapport est focalisée sur la carbonatation de granulats statiques ou, par ellipse, carbonatation statique.

changement de la taille maximale de granulats (de 5 ou 10 mm) ni du nombre de couches dans lesquelles est disposé le matériau (une ou trois) n'a été constaté par lesdits auteurs.

Suivant une tendance similaire on peut mentionner les travaux réalisés par Brück et al. (2018). Ces auteurs ont aussi traité par carbonatation sous pression atmosphérique des échantillons de mâchefer d'incinération de déchets ménagers (11 mm de taille maximale des granulats, 15% de teneur en eau et 12,5 de pH des lixiviats avant traitement). Leur carbonatation dynamique a été réalisée dans un tambour rotatif, sans flux permanent de gaz au travers de l'enceinte, mais en l'alimentant ponctuellement en CO<sub>2</sub> à 55% de pression partielle (le reste du mélange gazeux étant de l'air) afin de maintenir la pression atmosphérique ( $\pm 7,5$  kPa) à l'intérieur de l'enceinte. La carbonatation statique a été mise en œuvre tout simplement en immobilisant le tambour rotatif pendant l'essai de carbonatation, tous les paramètres étant identiques par ailleurs. Dans ces conditions, ces auteurs ont trouvé que le taux de captage de CO<sub>2</sub> par carbonatation dynamique peut être jusqu'à deux fois plus élevé que celui obtenu dans des conditions statiques pour un taux de remplissage du réacteur de 41% (le plus élevé qui a été testé<sup>3</sup>).

Toujours la même tendance a été confirmée par Brück et al. (2018a). L'essai de carbonatation dynamique dans ce cas-ci est identique à celui qui a été décrit plus haut (Brück et al., 2018), sauf que du CO<sub>2</sub> pur a été utilisé dans ce cas-ci. Par contre, même si tous les paramètres étaient identiques par ailleurs, dans le cas de l'essai statique le matériau a été cette fois-ci disposé dans le réacteur en sept couches d'environ 1 cm d'épaisseur. Ainsi, pour un taux de remplissage du réacteur de 10% (le seul à avoir été testé), Brück et al. (2018a) ont constaté une augmentation du taux de captage de CO<sub>2</sub> d'environ 30%.

Dans la même optique, on peut mentionner les travaux de Simoes dos Reis et al. (2020) de traitement par carbonatation de sable recyclé de béton (classe granulaire 0-6 mm et teneur en eau de 4% avant traitement). Le montage et le protocole utilisés par ces auteurs sont similaires à ceux de Brück et al., (2018) décrits plus haut. Ici, le réacteur a été alimenté ponctuellement avec du CO<sub>2</sub> à 90% de pression partielle. De même, l'essai en conditions statiques correspond à une immobilisation du tambour rotatif tout le long du processus de carbonatation. Ainsi, pour un taux du remplissage du réacteur de 10%, Simoes dos Reis et al. (2020) ont trouvé que le gain de masse par carbonatation dynamique de l'échantillon était 3,4 et 4,6 fois (pour des vitesses de rotation de 20 et 100 rpm, respectivement) plus important que dans le cas d'une carbonatation statique. Ces auteurs ont constaté que les écarts précédents pouvaient être encore plus importants en introduisant des pales de brassage du matériau à l'intérieur du réacteur.

Cependant, tel qu'il sera vu plus bas, les observations précédentes semblent pouvoir être nuancées lorsqu'on compare l'efficacité d'un traitement dynamique par rapport à celle d'un essai statique, lorsque celui-ci est réalisé sous flux permanent de gaz réactant à travers l'enceinte de carbonatation, notamment en fonction du taux de remplissage de l'enceinte.

### 1.4.3 Influence du taux de remplissage du réacteur

D'une manière générale, il semblerait qu'une augmentation du taux de remplissage du réacteur (volume de l'échantillon soumis à carbonatation dynamique, par rapport au volume total du réacteur) induit une baisse du taux de captage<sup>4</sup> de CO<sub>2</sub> par l'échantillon carbonaté.

Tel que montré par Brück et al. (2018) dans le cas des matériaux hautement cohésifs (tels que les mâchefers d'incinération de déchets ménagers humides), la diminution du taux de captage de CO<sub>2</sub> semble s'accroître au-delà d'un taux de remplissage du réacteur de 20%,

---

<sup>3</sup> Brück et al. (2018) ont trouvé que le taux de captage de CO<sub>2</sub> par carbonatation statique décroît linéairement avec le taux de remplissage du réacteur.

<sup>4</sup> On entend ici le taux de captage – évalué par exemple, soit par la masse de CO<sub>2</sub> séquestré, soit par le gain de masse de l'échantillon – par unité de masse de l'échantillon avant traitement par carbonatation.

du fait d'un changement dans le type de mouvement subi par l'échantillon au sein du réacteur. Selon ces mêmes auteurs, ce seuil de 20% serait inférieur dans le cas des sables et des graviers, ce qui semble être confirmé par les résultats obtenus par Simoes dos Reis et al. (2020) où une diminution notable du taux de captage a été constatée en passant d'un taux de remplissage de 10 à 14%. Néanmoins, la diminution en question du taux de captage semble être suffisamment faible pour que des taux de remplissage assez élevés (jusqu'à 40% testés dans les travaux mentionnés ci-avant) soient envisageables dans le but de réussir in fine à séquestrer des quantités absolues importantes de CO<sub>2</sub>, notamment dans le cadre d'un procédé industriel de carbonatation dynamique (Brück et al., 2018).

Il convient toutefois, de surligner un autre aspect issu des résultats obtenus par Lombardi et al. (2016) au sujet du taux de remplissage du réacteur lors d'un processus de carbonatation dynamique. En effet, en comparant deux procédés de carbonatation (à savoir dynamique et statique, tels que décrits plus haut), ces auteurs ont trouvé que, pour des taux de remplissage supérieurs à 20% (cf. le seuil mentionné ci-dessus), le taux de captage obtenu par carbonatation dynamique est inférieur à celui obtenu par carbonatation statique avec un flux permanent de gaz réactant. Cela semble avoir toute son importance à l'égard des moyens matériels mobilisés et de l'énergie dépensée afin de mettre en place chacune des deux techniques, vis-à-vis de la quantité de CO<sub>2</sub> qui pourrait être captée à chaque fois.

#### 1.4.4 Influence de la vitesse de rotation du réacteur

Globalement, la vitesse de rotation du réacteur lors d'un traitement par carbonatation dynamique ne semble pas avoir une influence importante sur les résultats obtenus (taux de captage de CO<sub>2</sub>) par ce traitement. Ainsi, Lombardi et al. (2016) ont même constaté une légère baisse du taux de captage de CO<sub>2</sub> (par des échantillons de mâchefers d'incinération de déchets ménagers) lorsque la vitesse de rotation passe de 2,5 à 5 rpm (avec un taux de remplissage de 20% ; voir d'autres détails de l'essai plus haut)

De leur côté, Brück et al., (2018) ont mis en évidence que le comportement (type de mouvement) du lit d'échantillon (de mâchefers d'incinération de déchets ménagers humides) dans le réacteur n'est pas très sensible à la vitesse de rotation du réacteur, pour des vitesses allant de 0,4 à 8 rpm. Sur cette base, ces auteurs ont fixé une vitesse de 1,2 rpm pour l'ensemble de leur étude subséquente.

La même tendance est mise en évidence par les travaux de Simoes dos Reis et al. (2020) sur la carbonatation dynamique de sable recyclé de béton avec un taux de remplissage du réacteur de 10% (voir d'autres détails plus haut). Ainsi, lorsque le réacteur est équipé de pales de brassage du matériau, le gain de masse par carbonatation de l'échantillon que ces auteurs ont obtenu par carbonatation dynamique avec une vitesse de rotation de 20 rpm est environ 5,5 fois plus élevé que celui obtenu par carbonatation statique (réacteur immobilisé). Or, le gain de masse observé pour une vitesse de rotation de 100 rpm est seulement environ 1,2 fois plus élevé que celui obtenu pour ladite vitesse de 20 rpm. Ainsi, malgré une vitesse de rotation maximale de 100 rpm à avoir été testée, l'essentiel de l'augmentation du gain de masse par rapport aux conditions statiques se produit lorsque la vitesse passe de 0 à 20 rpm (vitesse la plus basse à avoir été testée). Des constatations analogues peuvent être établies en ce qui concerne le réacteur non-équipé des pales de brassage. On peut aussi remarquer que, dans ce dernier cas, une diminution du gain de masse a même été constatée lorsque la vitesse de rotation passe de 20 à 40 rpm.

Les observations précédentes semblent pouvoir s'étendre aussi aux cas des hautes vitesses de rotation. A ce propos, on peut faire référence aux travaux de Chang et al. (2012). Ces auteurs ont mis en œuvre un procédé de carbonatation par haute accélération centrifuge<sup>5</sup> d'une suspension (*lit fixe rotatif*)<sup>6</sup> de laitier de convertisseur basique à oxygène. La taille maximale des particules présentes dans la suspension, faite à base d'eau déminéralisée, était de 88 µm. La carbonatation a eu lieu dans un réacteur sous pression d'1 bar et sous flux

<sup>5</sup> Des accélérations d'un à trois ordres de grandeur supérieurs à celui de la pesanteur peuvent être atteints.

<sup>6</sup> Rotating packed bed.

constant de CO<sub>2</sub> pur. Dans ces conditions, des vitesses de rotation de 500, 750, 1000 et 1250 rpm ont été testées. Il a été constaté que le degré de carbonatation du laitier est pratiquement indépendant de la vitesse de rotation, lorsque la température dans le réacteur est de 25 °C. Par contre, pour des températures de 45 et 65 °C, le degré de carbonatation diminue lorsque la vitesse de rotation passe de 1000 à 1250 rpm. Ceci a été attribué au fait que, même si une augmentation de la vitesse de rotation génère une augmentation du taux d'échange massique entre la phase gazeuse de CO<sub>2</sub> et la phase liquide dans la suspension, cette même augmentation de la vitesse de rotation du réacteur engendre une diminution du temps de séjour de la suspension au sein du lit fixe rotatif.

Tout compte fait, dans le cadre d'une mise en place d'un protocole de traitement de matériaux granulaires par carbonatation dynamique, il semblerait indispensable la réalisation d'une phase expérimentale exploratoire afin d'évaluer l'impact de la vitesse de rotation du réacteur sur l'efficacité dudit traitement. Qui plus est, sachant que cet impact peut s'avérer très modéré, voire contre-productif, il semblerait nécessaire de quantifier le coût matériel et surtout énergétique qu'une augmentation de la vitesse de rotation pourrait représenter, vis-à-vis d'une éventuelle amélioration de l'efficacité du traitement par carbonatation.

Les constatations faites dans les deux alinéas précédents (concernant le taux de remplissage du réacteur et sa vitesse de rotation) semblent être celles qui revêtent le plus d'importance lorsqu'on a affaire en particulier aux techniques de carbonatation dynamiques. Pour ce qui est du reste et tel qu'il sera vu succinctement par la suite, les différentes observations sur l'influence des paramètres du procédé de carbonatation, ainsi qu'en amont et en aval de celui-ci, effectuées au sujet de la carbonatation dite statique (premier volet de cette recherche bibliographique), semblent se confirmer d'une manière générale dans le cas d'un traitement par carbonatation dynamique

#### 1.4.5 Influence de la teneur en eau du matériau carbonaté

L'allure typique en cloche de la variation du degré de carbonatation en fonction de la teneur en eau du matériau granulaire carbonaté semble aussi se vérifier dans le cas d'un traitement par carbonatation dynamique. Ainsi, dans le cas de mâchefers d'incinération de déchets ménagers Brück et al. (2018) ont trouvé un taux de captage de CO<sub>2</sub> maximal pour une teneur en eau initiale environnant les 21% (des teneurs en eau de 15, 18, 21, 24 et 27% ont été testées).

Dans le cas de sables recyclés de béton, Simoes dos Reis et al. (2020), après avoir testé plusieurs teneurs en eau initiales (dix en tout) d'entre 0 et 12%, ont trouvé une teneur de 4% donnant le gain de masse maximal de l'échantillon après traitement.

#### 1.4.6 Influence de la pression partielle du CO<sub>2</sub>

Il a été rapporté que, lors d'un traitement par carbonatation, il semble exister en effet de seuil de la concentration de CO<sub>2</sub> dans le gaz réactant, au-delà duquel le degré de carbonatation n'augmente pratiquement plus. Dans le cas de la carbonatation statique ce seuil semble se situer autour de 20% (cf. supra). La même tendance semble se vérifier dans le cas de la carbonatation dynamique. Aussi, Brück et al. (2018), après avoir testé différentes pressions partielles (15, 35, 55, 75 et 100%), font état d'une nette augmentation du taux de captage de CO<sub>2</sub> lorsque la pression partielle passe de 15 à 75%. Cependant, malgré une cinétique des réactions initiale plus importante, ce taux de captage n'augmente plus lorsque la concentration de CO<sub>2</sub> est de 100%. Il semblerait donc, que le seuil mentionné ci-avant se soit déplacé d'environ 20% (carbonatation statique) à environ 75% dans le cas de la carbonatation dynamique. Ceci peut être dû à l'effet du frottement entre les grains qui permet de renouveler constamment les surfaces exposées à la carbonatation (ibid.).

#### 1.4.7 Influence de la pression totale dans le réacteur

Il a été mentionné que, dans le cas de la carbonatation statique, l'effet de la pression totale sous laquelle la carbonatation a lieu est analogue à celui de la pression partielle de CO<sub>2</sub> (cf.

supra). Aussi, dans le cas de la carbonatation dynamique, les résultats obtenus par Simoes dos Reis et al. (2020) montrent une importante augmentation du gain de masse des sables recyclés de béton après traitement par carbonatation, lorsque la pression totale dans le réacteur passe d'environ 1 à 1,4 bar. Reste à vérifier l'existence d'un effet de seuil similaire à celui constaté dans le cas de la carbonatation statique (cf. supra) et mentionné au paragraphe précédent en ce qui concerne la pression partielle de CO<sub>2</sub>.

#### 1.4.8 Influence de la température dans le réacteur

Il semblerait que, dans le cas de la carbonatation dynamique, il existe aussi un effet de seuil de l'augmentation de la température dans le réacteur, au-delà duquel le degré de carbonatation n'augmente pratiquement plus. Ainsi, Chang et al. (2012) ont constaté que le degré de carbonatation augmente légèrement lorsque la température dans le réacteur passe de 25 à 45 °C, mais, malgré une cinétique des réactions plus importante, diminue légèrement lorsque cette température passe de 45 à 65 °C. Ces auteurs attribuent cela au fait que, malgré une cinétique plus élevée de dissolution du calcium dans le matériau carbonaté, la solubilité du CO<sub>2</sub> diminue avec l'augmentation de la température selon la loi de Henry.

### 1.5 Références de l'étude bibliographique

- ASTM C642 - 13. *Standard test method for density, absorption and voids in hardened concrete*. American society for standards and materials. Philadelphia. 2013.
- Brück, F.; Schnabel, K.; Mansfeldt, T. & Weigand, H. *Accelerated carbonation of waste incinerator bottom ash in a rotating drum batch reactor*. Journal of environmental chemical engineering. Vol. 6, pp. 5259-5268. 2018.
- Brück, F.; Fröhlich, C.; Mansfeldt, T. & Weigand, H. *A fast and simple method to monitor carbonation of MSWI bottom ash under static and dynamic conditions*. Waste management. Vol. 78, pp. 588-594. 2018a.
- Castellote, M.; Fernandez, L.; Andrade, C. & Alonso, C. *Chemical changes and phase analysis of OPC pastes carbonated at different CO<sub>2</sub> concentrations*. Materials and Structures. Vol. 42, pp. 515-525. 2009.
- Chang, E.-E.; Pan, S.-Y.; Chen, Y.-H.; Tan, C.-S. & Chiang, P.-C. *Accelerated carbonation of steelmaking slags in a high-gravity rotating packed bed*. Journal of hazardous materials. Vol. 227-228, pp. 97-106. 2012.
- Fang, X.; Xuan, D. & Poon, C. S. *Empirical modelling of CO<sub>2</sub> uptake by recycled concrete aggregates under accelerated carbonation conditions*. Materials and Structures. Vol. 50. 2017.
- Fernández Bertos, M.; Simons, S.J.R; Hills, C.D. & Carey, P.J. *A review of accelerated carbonation technology in the treatment of cement-based materials and sequestration of CO<sub>2</sub>*. Journal of hazardous materials. Vol. B112, pp. 193-205. 2004.
- Hidalgo, A.; Domingo, C.; Garcia, C.; Petit, S.; Andrade, C. & Alonso, C. *Microstructural changes induced in Portland cement-based materials due to natural and supercritical carbonation*. Journal of Materials Science. Vol. 43, pp. 3101-3111. 2008.
- Jang, J.G., Kim, H.J., & Lee, H.K. *Review on recent advances in CO<sub>2</sub> utilization and sequestration technologies in cement-based materials*. Construction and building materials. Vol. 127, pp. 762-773. 2016.
- Kashef-Haghighi, S. & Ghoshal, S. *CO<sub>2</sub> Sequestration in Concrete through Accelerated Carbonation Curing in a Flow-through Reactor*. Industrial & Engineering Chemistry Research. Vol. 49, pp. 1143-1149. 2010.

- Kashef-Haghighi, S.; Shao, Y. & Ghoshal, S. *Mathematical modeling of CO<sub>2</sub> uptake by concrete during accelerated carbonation curing*. Cement and Concrete Research. Vol. 67, pp. 1-10. 2015.
- Kikuchi, T. & Kuroda, Y. *Carbon Dioxide Uptake in Demolished and Crushed Concrete*. Journal of Advanced Concrete Technology. Vol. 9, pp. 115-124. 2011.
- Kurdowski, W. *Cement and concrete chemistry*. Springer Science & Business. Heidelberg. 2014.
- Lackner, K.S.; Wendt, C.H.; Butt, D.P.; Joyce, E.L. & Sharp, D.H. *Carbon dioxide disposal in carbonate minerals*. Energy. Vol. 20, pp. 1153-1170. 1995.
- Lo, Y. & Lee, H. *Curing effects on carbonation of concrete using a phenolphthalein indicator and Fourier-transform infrared spectroscopy*. Building and Environment. Vol. 37, pp. 507-514. 2002.
- Lombardi, L.; Carnevale, E. & Pecorini, I. *Experimental evaluation of two different types of reactors for CO<sub>2</sub> removal from gaseous stream by bottom ash accelerated carbonation*. Waste management. Vol. 58, pp. 287-298. 2016.
- Mostbauer, P.; Lenz, S. & Lechner, P. *MSWI bottom ash for upgrading of biogas and landfill gas*. Environmental Technology. Vol. 29, pp. 757-764. 2008.
- Neville, A. *Propriétés des bétons*. Eyrolles. Paris. 2000.
- NF EN 1097-6. *Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats. Partie 6 : Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau*. Association française de normalisation. La Plaine Saint-Denis. 2001.
- Ollivier, J.-P. & Vichot, A. *La durabilité des bétons*. Presses de l'ENPC. Paris. 2008.
- Pan, G.; Zhan, M.; Fu, M.; Wang, Y. & Lu, X. *Effect of CO<sub>2</sub> curing on demolition recycled fine aggregates enhanced by calcium hydroxide pre-soaking*. Construction and building materials. Vol. 154, pp. 810-818. 2017.
- Simoes dos Reis, G.; Cazacliu, B.G.; Artoni, R. & Torrenti, J.-M. *Effect of the accelerated carbonation treatment on the recycled sand physicochemical characteristics through the rolling carbonation process*. Journal of CO<sub>2</sub> utilization. Vol. 39, pp. 1-12. 2020.
- Tam, V. W.; Tam, C. & Le, K. *Removal of cement mortar remains from recycled aggregate using pre-soaking approaches*. Resources, conservation and recycling. Vol. 50, pp. 82-101. 2007.
- Thiery, M.; Dangla, P.; Belin, P.; Habert, G. & Roussel, N. *Carbonation kinetics of a bed of recycled concrete aggregates: A laboratory study on model materials*. Cement and concrete research. Vol. 46, pp. 50-65. 2013.
- Venhuis, M. A. & Reardon, E. J. *Vacuum Method for Carbonation of Cementitious Wasteforms*. Environmental Science & Technology. Vol. 35, pp. 4120-4125. 2001.
- Walton, J. C.; Bin-Shafique, S.; Smith, R. W.; Gutierrez, N. & Tarquin, A. *Role of carbonation in transient leaching of cementitious wasteforms*. Environmental science & technology. Vol. 31, pp. 2345-2349. 1997.
- Xuan, D.; Zhan, B. & Poon, C. S. *Assessment of mechanical properties of concrete incorporating carbonated recycled concrete aggregates*. Cement and concrete composites. Vol. 65, pp. 67-74. 2016.
- Zhan, B.; Poon, C. S.; Liu, Q.; Kou, S. & Shi, C. *Experimental study on CO<sub>2</sub> curing for enhancement of recycled aggregate properties*. Construction and building materials. Vol. 67, pp. 3-7. 2014.
- Zhang, J.; Shi, C.; Li, Y.; Pan, X.; Poon, C.-S. & Xie, Z. *Performance enhancement of recycled concrete aggregates through carbonation*. Journal of Materials in Civil Engineering, American Society of Civil Engineers. Vol. 27. 2015.

## 2 Campagnes d'essais menées à ICube

### 2.1 Objectifs des trois campagnes essais

Au cours de ce travail, trois campagnes d'essais ont été menées au laboratoire ICube en partenariat avec le laboratoire IJL, non partenaire FastCarb mais ayant assuré la mise à disposition des équipements et ayant participé à la réalisation des essais en raison de travaux au laboratoire ICube et de l'indisponibilité des équipements entre 2019 et 2022.

Parmi ces 3 campagnes, 2 sont basées sur le protocole de carbonatation défini collectivement au sein du GT1.1 issu des travaux de la thèse de Marie Sereng (SERENG, 2020) :

- la **campagne 1** est une étude de l'influence des classes granulaires à partir de la carbonatation de GBR issus d'un béton parent de composition connue confectionné en laboratoire. Elle regroupe les essais C1, C2 et C3 sur les BESITC. *Cette campagne d'essais a été menée dans le cadre du master 2 de Florian Schlupp au premier semestre 2020,*
- la **campagne 3** correspond à un plan d'expérimentation à partir de GBR issu de bétons de compositions connues confectionnés en laboratoire, les compositions ayant été définies selon une étude paramétrique approuvée par le GT1.1. Ces bétons présentent des différences concernant le type de ciment, teneur en pâte de ciment et type de granulats (BT19 : voir le paragraphe matériaux des études).

La **campagne 2** se base sur ce même protocole en faisant varier certains de ses paramètres. C'est une étude de sensibilité à partir de la carbonatation de GBR issus du même béton parent que la campagne 1. Elle regroupe les essais C6, C7, C9 et C10 sur les BESITC.

### 2.2 Matériaux des études

#### 2.2.1 Composition des Bétons parents

Les granulats de bétons recyclés utilisés tout au long de cette étude sont issus de 2 séries distinctes de bétons respectivement nommées BESITC et BT19.

Les BESITC – *Béton pour une Etude de Sensibilité de l'Impact du Traitement par Carbonatation* (sur l'évolution des propriétés) – ont été mis en œuvre à IJL en 2019 à partir d'une formulation d'un béton ordinaire. Le ciment utilisé est un CEM II/B-M(S-LL) 32,5R CE CP1 de la gamme Technocem de chez Calcia. Les granulats mis en œuvre sont un sable 0/4 et un gravillon 4/16 siliceux roulés de Moselle. Ces bétons n'ont pas été adjuvés. Le Tableau 1 présente la formulation des BESITC. Les éprouvettes réalisées à partir de ces bétons sont des éprouvettes cylindriques 16x32cm.

Tableau 1 : Composition des BESITC

BESITC	Dosage massique [kg/m <sup>3</sup> ]	Dosage volumique [kg/m <sup>3</sup> ]
Ciment	340	109,7
Eau efficace	205	205,0
Sable sec (S)	750,3	292,7
Gravillon sec (G)	972,4	380,6
Air	-	12
<b>Total</b>	<b>2267,7</b>	<b>1000,0</b>
Masse volumique [kg/m <sup>3</sup> ]	2,268	
E/C	0,6	
S/(S+G)	0,44	

Les BT19 – *Bétons Témoins 2019* – ont été mis en œuvre au laboratoire I3 début 2019. Ils représentent une série de 9 bétons d'objectifs en termes de classe de résistance de C20/25 à C30/37. dont la teneur en pâte de ciment (dosage en ciment et E/C), le type du ciment et la nature des granulats sont variables. Ils ont été formulés selon la méthode de Dreux. Les bétons

ne sont pas adjuvantés. Les Tableau 2 et Tableau 3 présentent les compositions de ces différents bétons. Les éprouvettes réalisées à partir de ces bétons sont des éprouvettes cylindriques 11x22cm et prismatiques 7x7x28cm qui ont servi à l'obtention des GBR après essais mécaniques.

Tableau 2 : Paramètres de formulation des BT19

Désignation	Résistance cible	E/C	Type de ciment	Dosage en ciment [kg/m <sup>3</sup> ]	%volumique de pâte de ciment	Type de granulats
BT19-B1-1	C25/30	0,65	CEMI	280	27,51%	0/16 Roulés silico-calcaires
BT19-B2-1	C20/25	0,66	CEMII		27,42%	
BT19-B3-1	C20/25	0,66	CEMIII		27,79%	
BT19-B4-1	C30/37	0,58	CEMI	350	32,16%	
BT19-B5-1	C25/30	0,58	CEMII		31,59%	
BT19-B6-1	C25/30	0,58	CEMIII		31,70%	
BT19-B7-1	C30/37	0,58	CEMI	350	31,81%	0/20 Concassé calcaire
BT19-B8-1	C25/30	0,58	CEMII		31,59%	
BT19-B9-1	C25/30	0,58	CEMIII		32,05%	

Tableau 3 : Formulations des BT19

Désignation	Ciment	Eau	Adjuvant	Sable 0/4	Gravillon 4/8	Gravier 8/16	Masse volumique
BT19-B1-1	280	183,58	-	690,78	112,02	1064,18	2330,59
BT19-B2-1		183,58	-	690,78	112,02	1064,18	2330,59
BT19-B3-1		184,00	-	688,0	112,0	1060,0	2324,0
BT19-B4-1	350	202,60	-	644,0	104,0	992,0	2292,60
BT19-B5-1		202,60	-	649,0	105,0	999,0	2305,60
BT19-B6-1		204,0	-	646,0	105,0	996,0	2301,0
BT19-B7-1	350	203,73	-	628,93	139,76	978,34	2300,76
BT19-B8-1*		202,60	-	631,20	140,30	981,80	2305,90
BT19-B9-1		202,60	-	627,0	139,0	975,0	2293,60

\* Cette composition a fait l'objet d'une erreur lors de la mise en œuvre des bétons, ce point sera détaillé ultérieurement dans le rapport.

## 2.2.2 Préparation des matériaux : conservation des bétons, concassage et conservation des GBR

### 2.2.2.1 BESITC

Les éprouvettes de BESITC, réalisées en novembre 2019, ont été maintenues au laboratoire dans leur moules cartons respectifs avec bouchon jusqu'à leur concassage en mars 2020.

La phase de concassage a été décomposée en 3 étapes :

- Réduction de la taille des éprouvettes à la presse hydraulique en traction par fendage,
- Pré-concassage manuel à la masse permettant d'obtenir une blocométrie compatible avec le concasseur mécanique à mâchoires,
- Concassage au concasseur à mâchoires de laboratoire (Figure 1). Le concasseur à tout d'abord été réglé sur 16mm. Les granulats refusés au tamis de 16mm ont subi un concassage secondaire.

Le concassage des BESITC a permis d'obtenir les classe granulaires 5/8, 8/10, 10/14 et 14/16.



Figure 1 : Concasseur à mâchoires utilisé lors de l'étude

Après obtention des 4 classes granulaires, les matériaux ont été maintenus au sec, en big bag à l'intérieur du laboratoire puis en étuve à 60°C jusqu'à prélèvement pour les différents essais.

#### 2.2.2.2 BT19

Des éprouvettes de ces bétons ont été sollicitées mécaniquement en compression et en traction par fendage (21j), les éprouvettes issues des essais de fendage (11\*22 cm) ont été conservées, protégées de la carbonatation par emballage sous un film de type « film alimentaire », puis dans des sacs étanches.

D'autres éprouvettes de ces bétons (7\*7\*28 cm) ont été conservées pendant 21 mois puis sollicitées en traction par flexion et en compression.

Avant sollicitation mécanique en compression, un contrôle de l'épaisseur carbonatée a été fait par un test à la phénolphtaléine.

Les données et résultats complets sur ces bétons sont présentés en annexes.

*Remarque : à l'issue des essais mécaniques réalisés, il apparaît que le béton n°8 a subi une erreur de formulation lors de la mise en œuvre, la teneur en eau est inférieure à celle initialement prévue.*

Le concassage des BT19 a permis d'obtenir deux classes granulaires : 0/4 mm et 4/10 mm. Seuls les essais sur la classe granulaire 4/10 font l'objet de ce rapport.

Trois concassages ont été effectués : en juillet 2020, en octobre 2021 puis en novembre 2021.

Les deux premiers concassages ont été effectués sur des éprouvettes cylindriques 11x22 cm post essai de fendage. Pour ces lots d'éprouvettes, une première étape de réduction de la blocométrie (pré-concassage) a été réalisée au marteau piqueur tel qu'illustré Figure 2.

Les échantillons issus de ces deux premiers concassages ont été envoyés aux partenaires (cf bilan des envois en annexe).



Figure 2 : Pré-concassage des BT19

Le troisième concassage a été réalisé sur des éprouvettes 7x7x28cm post essai de flexion puis de compression (Figure 3). La blocométrie est ainsi réduite et permet l'utilisation directe du concasseur à mâchoires.



Figure 3 : Essai de compression (post-flexion) des BT19

Les GBR issus de ce troisième concassage seront utilisés par le laboratoire ICube dans le cadre des essais menés selon l'AAP. 1.1.2.

Le détail des conditions de concassage sont données en annexes.

A l'issue du concassage, les matériaux sont homogénéisés par quartage (Figure 4) puis conditionnés sous vide (Figure 5).



Figure 4 : Quartage des BT19 concassés

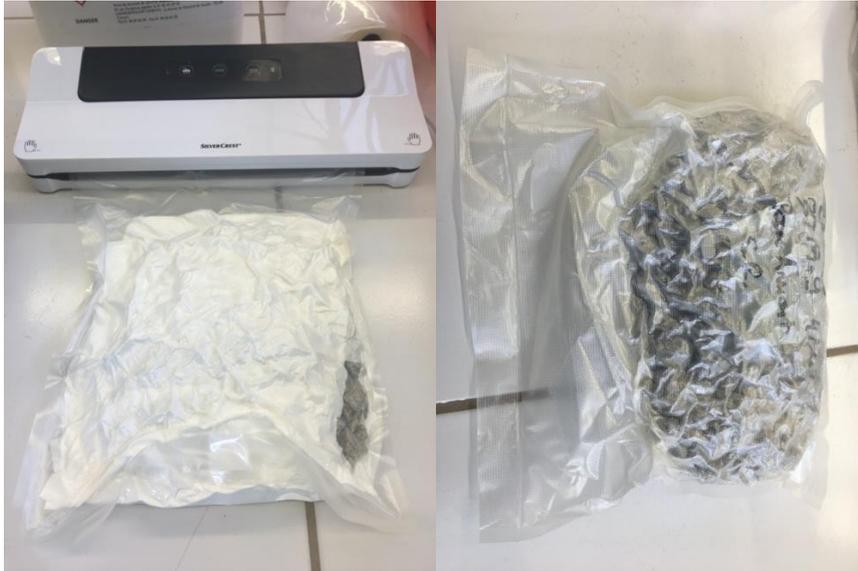


Figure 5 : Mise sous vides des BT19 pour conservation

## 2.3 Protocole de carbonatation

### 2.3.1 Préparation des GBR

Tout au long de cette étude (hormis BESITC C1), les GBR ont été totalement séchés avant d'être mis à la teneur en eau choisie (fonction des campagnes d'essais) pour la carbonatation accélérée.

**Température de l'étuve :** Selon les travaux de Baroghel-Bouny et al. (Baroghel-Bouny, 2002), de Gallé (C, 2001) ainsi que Yacoub et al. (Aiman Yacoub, 2019) la température de séchage des matériaux cimentaires ne doit pas dépasser 50°C à 65°C pour éviter toutes détériorations minéralogiques du matériau. Nous choisissons 60°C car cette température n'endommage pas les GBR et permet d'avoir un temps de séchage non excessif.

Pour les campagnes sensibilité BESITC et BT19 et le refroidissement des échantillons avant la mise à la teneur en eau souhaitée est effectué dans des sacs plastiques étanches en présence d'absorbant d'humidité (silica gel) de façon à éviter toute réhumidification par condensation.

**Teneur en eau choisie et mise à cette teneur en eau :** Les études de Pan et al. (Ganghua Pan, 2017) et Zhan et al. (Baojian Zhan, 2014) et les résultats de l'IFSTTAR, donnent un optimum situé respectivement entre 3 et 7% et entre 2,5 et 4% pour les granulats de classe 1-4mm et supérieure à 10mm. Ces teneurs en eau permettent la plus grande efficacité des procédés de carbonatation. Dans le cadre de ce PN, il a été choisi de travailler à 75% de l'absorption des matériaux.

*Les teneurs en eau choisies varient selon la campagne d'essai :*

- **Campagne initiale BESITC :**
  - C1 : teneur en eau naturelle (humidité ambiante), soit de 2,8% à 4,4% massique
  - C2 et C3 : teneur en eau ajustée à 4% massique
- **Campagne de sensibilité BESITC**
  - C6, C7 et C10 : 75% de l'absorption soit :
    - 5,250% pour la classe granulaire 5/8
    - 5,025% pour la classe granulaire 8/10

- 3,975 % pour les classes granulaires 10/14 et 14/16
  - C9 : 4 teneurs en eau par classe granulaires rapporté à l'absorption : 0%, 50%, 75% et 100% (état saturé surface sèche).
- Campagne BT19 d'étude de l'influence des paramètres de carbonatation : 75% de l'absorption soit, en proportion massique :
  - BT19-B1-S1 : 3,23%
  - BT19-B2-S1 : 2,75%
  - BT19-B3-S1 : 3,56%
  - BT19-B4-S1 : 3,21%
  - BT19-B5-S1 : 3,21%
  - BT19-B6-S1 : 3,84%
  - BT19-B7-S1 : 3,83%
  - BT19-B8-S1 : 2,83%
  - BT19-B9-S1 : 2,15%

La mise à la teneur en eau précise peut se faire selon 2 méthodologies différentes :

- Séchage complet des échantillons puis mouillage avec la quantité d'eau correspondant à la teneur optimale des granulats
- Immersion des échantillons jusqu'à saturation complète en eau puis séchage contrôlé jusqu'à obtention de la teneur en eau optimale des granulats

La première méthode par séchage puis humidification à la teneur optimale des granulats est retenue car elle garantit la bonne maîtrise de la teneur en eau sans être chronophage.



Figure 6 humidification des granulats secs avant carbonatation

Pour les campagnes sensibilité BESITC et BT19 et afin de s'assurer de l'homogénéité de la teneur dans l'ensemble des échantillons, une première humidification contrôlée est réalisée après avoir placé les échantillons dans des sacs plastiques hermétiques. A l'issue de cette phase, les échantillons sont laissés à reposer pendant 24h afin de permettre la diffusion de l'eau de mouillage vers le cœur des GBR. La teneur en eau est contrôlée et réajustée juste avant la mise en carbonatation.

**Mise sous vide :** Bien que la mise sous vide permette d'amplifier le phénomène de stockage de CO<sub>2</sub> lors de la phase de carbonatation, cet aspect n'est pas retenu pour des raisons matérielles mais également suite aux décisions prises avec les partenaires du projet FastCarb qui ; lors de leurs essais, n'avaient pas noté un intérêt significatif à cette mise sous vide.

### 2.3.2 Paramètres de réglage du procédé de carbonatation

**Concentration en CO<sub>2</sub>** : Les partenaires du projet FastCarb utilisent deux valeurs pour la concentration en CO<sub>2</sub> : 15% et 100%. Les études de Castellote et al. (Marta Castellote, 2009) et Kashef-Haghighi et al. (Kashef-Haghighi, 2015) ont montré que l'augmentation de la concentration en CO<sub>2</sub> au-delà d'un certain seuil semble avoir un effet négligeable pour le taux de carbonatation. Ce seuil serait atteint pour une teneur en CO<sub>2</sub> de 20 %.

Une teneur en CO<sub>2</sub> de 15%, est retenue pour notre procédé selon les choix faits par le GT11.

**Humidité relative dans l'enceinte** : L'humidité relative optimale se situerait entre 50 et 70 % (Baojian Zhan, 2014).

Nous faisons le choix d'utiliser une humidité relative d'environ 60% s'il n'y a aucune contre-indication des partenaires FastCarb.

**Pression dans l'enceinte de carbonatation** : Fang et al. (2017) et Zhan et al. (Baojian Zhan, 2014) utilisent une légère suppression lors de leur essais (1,1 atm) qui favoriserait le taux de captage du CO<sub>2</sub>.

Pour des raisons matérielles, il est retenu de réaliser les essais à pression atmosphérique.

**Température dans l'enceinte de carbonatation** : La température semble jouer un rôle important dans le phénomène de carbonatation (optimum entre 80 et 100°C (Dianchao Wang, 2019)) ou comme détaillé dans le chapitre précédant une température de plus de 65°C risque de dégrader les GBR.

La température de 20°C sera donc retenue.

**Durée** : Des études tendent à montrer que la réaction de carbonatation atteint une asymptote après 4 à 5 h de traitement Fang et al. (2017) (Baojian Zhan, 2014).

Une durée de 24h sera utilisée lors de nos essais selon les décisions du GT11.



Figure 7 Enceinte de carbonatation de l'institut Jean Lamour de Nancy

### 2.3.1 Quantités de matériaux carbonatés dans l'enceinte par campagne

L'enceinte de carbonatation utilisée est une enceinte climatique à régulation de CO<sub>2</sub> Memmert ICH 260C. Son volume utile est de 256 litres. Les échantillons ont été placés dans des bacs métalliques pour subir la phase de carbonatation.

Le Tableau 4 regroupe les masses d'échantillons secs mises dans l'enceinte pour chaque essai de carbonatation.

Tableau 4 : Quantité de matériaux carbonatés

Echantillons	Campagne d'essai	Référence d'essai	Nombre d'échantillons	Masse par échantillons	Autres matériaux dans l'enceinte	Masse totale de matériaux
BESITC	Influence de la classe granulaire	C1 – C2	4	1500g	Non	6000g
		C3	4	1400g	Non	5600g
		C6	4	2550g	Oui	12000g
	Etude de sensibilité	C7	4	500g	Oui	3000g
		C9	16	200g	Non	3200g
		C10	4	750g	Non	3000g
BT19	Influence des paramètres de carbonatation	C1	9	1200g	Oui	10800g

## 2.4 Paramètres de l'étude de sensibilité sur le protocole de carbonatation

A partir d'un protocole de carbonatation défini collectivement par le GT1.1, la teneur en eau initiale de référence a été fixée à 75% de l'absorption (Référence désignée C6).

Pour l'étude de sensibilité de l'impact de la carbonatation accélérée sur les propriétés des GBR à partir des échantillons de BESITC, les paramètres d'influence suivants ont été étudiés :

- La quantité de matériaux carbonatée réduite au regard du volume de l'enceinte de carbonatation (Etude de sensibilité 2 désignée C7) - Tableau 4,
- La teneur en eau initiale rapportée à l'absorption de l'échantillon sec à l'échantillon en état saturé surface sèche soit : 0% ; 50% ; 75% et 100% (Étude de sensibilité 3 désignée C9),
- La température dans l'enceinte de carbonatation passée à 50°C (Étude de sensibilité 4 désignée C10)

## 2.5 Méthodes d'essais de caractérisation des granulats et de suivi de la carbonatation

### 2.5.1 Caractérisation des GBR et GBRCa

#### 2.5.1.1 Campagne d'essais initiale BESITC

##### 2.5.1.1.1 Masse volumique et absorption

Pour éviter toute détérioration minéralogique de la pâte de ciment durcie et ne pas influencer les résultats lors des phases de séchage avant/après essais, la température de séchage des GBR carbonaté avant essais d'absorption choisi est de 60°C (Baroghel-Bouny, 2002) (C, 2001) (Aiman Yacoub, 2019). Pour cette température de séchage, il est nécessaire d'augmenter le temps des matériaux dans l'étuve afin d'obtenir un matériau sec (stabilité de la masse).

La détermination des masses volumiques et de l'absorption d'eau est réalisée en suivant la norme NF EN 1097-6-2014 en suivant la méthode du panier en treillis adaptée pour des classes granulaires plus petites tel que décrit ci-dessous. Les masses des prises d'essai sont comprises entre 55g et 90g.

En raison des difficultés d'accès au laboratoire en période de crise sanitaire (printemps - été 2020) l'immersion a été effectuée sur une durée de 48h au lieu de 24h. Par ailleurs cela permet d'obtenir une absorption plus complète, ce choix est en accord avec la bibliographie (Deodonne, 2015) ; (Tegguer, 2012); (Houria Mefteh, 2013); (MEFTAH Houria, 29-31 Mai 2011) ; (Solyman, 2005).

Par ailleurs, nous avons adapté la quantité de matériau à tester, les masses moyennes des prélèvements effectués sont regroupées dans le Tableau 5 et les récipients de mesures sont adaptés à cette prise d'essai.

Tableau 5 : Etude initiale BESITC - Prises d'essais pour absorption

BESITC Classe granulaire	Masses moyennes des prises d'essais pour la mesure d'absorption [g]			
	Avant carbonatation	C1	C2	C3
5/8	57,0	61,7	61,2	55,7
8/10	54,2	73,2	71,8	65,5
10/14	59,5	84,1	81,7	78,8
14/16	65,0	91,8	88,7	91,3

##### 2.5.1.1.2 Essai d'attrition (usure) - Micro Deval à sec ( $M_{DS}$ )

Les propriétés mécaniques de résistance à l'usure ont été déterminées par la réalisation d'essais Micro Deval sec adapté de la norme NF EN 1097-1 (Afnor, NF EN 1097-1, 2011) sur les différentes fractions des granulats.

La détermination des résistances à l'usure des granulats n'est pas nécessaire pour les granulats à béton, pourtant cet essai permettrait d'évaluer l'usure due au malaxage qui traduit une évolution du squelette granulaire (Deodonne, 2015). Dans cet objectif, la durée de l'essai Micro-Deval a été limitée à 30min. En effet un essai trop long ne permet pas une caractérisation

pertinente des GBR pour une utilisation comme granulats à béton.

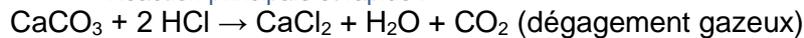
Cet essai est mené uniquement afin de comparer les granulats entre eux et non pas de les classer selon la norme.

Les différentes prises d'essais lors de l'étude initiale (avant et après carbonatation) sont de  $500\text{g} \pm 10\text{g}$ .

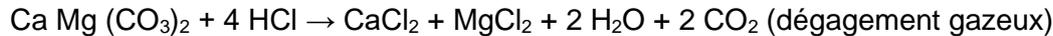
### 2.5.1.1.3 Calcimétrie

La calcimétrie est utilisée pour estimer la quantité de  $\text{CO}_2$  dans un matériau minéral. Elle est basée sur la digestion d'acide qui consiste à évaluer la quantité de  $\text{CO}_2$  libérée lors de la réaction entre un acide (souvent acide chlorhydrique) et les carbonates contenus dans l'échantillon. Par exemple dans le cas d'un ciment conventionnel hydraté (Portland ou à ajouts), la réaction suit les équations suivantes :

- Réaction principale et rapide :

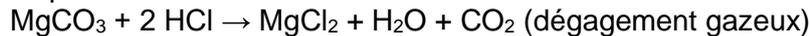


- Réaction secondaire et lente :



La dolomite est attaquée plus difficilement à froid que la calcite.

Si des carbonates de magnésium sont présents, ils réagiront également avec l'acide selon l'équation suivante :



Dans le cas de l'utilisation du calcimètre de Bernard, cette mesure consiste en une mesure du volume dégagé pour un essai réalisé à pression atmosphérique (et température) constante.

L'essai de calcimétrie Bernard s'appuie sur le mode opératoire décrit dans la norme française NF P 94-048 (Afnor, 1996)



Figure 8 Calcimètre de Bernard Echantillon avec une dose d'acide chloridrique

La quantité de  $\text{CO}_2$  piégé au cours de la carbonatation est obtenue par comparaison entre l'état initial du matériau et son état après carbonatation.

L'essai nécessite la préparation du matériau avant sa réalisation. Dans un premier temps, le mortier accolé est séparé des granulats naturels puis finement broyé au mortier céramique. Lors de cette campagne d'essai la finesse de broyage n'a pas été contrôlée.

Lorsque la composition du béton parent et en particulier la nature des granulats n'est pas connue ou lorsque les granulats parents sont calcaires ou silico calcaires, il est déconseillé de prélever le mortier pour analyse et il faut alors effectuer le broyage et l'analyse sur l'intégralité du GBR. Dans le cas de cette étude, les granulats étaient siliceux (contrôle effectué), il a donc été choisi de prélever le mortier de façon à augmenter la précision de la mesure.

**Remarque** : lorsque l'essai est réalisé sur l'intégralité du GBR (sans prélèvement du mortier), pour que le calcul soit exact il est préférable de calculer la proportion massique de carbonates nouvellement formés dans l'échantillon carbonaté rapportée à la masse initiale non carbonatée. Ce calcul se fait à partir du gain de masse. Dans le cas de cette étude, cela n'a pas été réalisé car la proportion de mortier accolé n'est pas connue (proportion de sable dans le mortier).

Un mode opératoire simplifié et la méthode de calcul pour quantifier le CO<sub>2</sub> capté sont donnés en annexe.

Cette première campagne de mesure a mis en avant l'intérêt d'un tel essai pour quantifier le CO<sub>2</sub> capté par carbonatation accélérée. Par la suite, le protocole a été optimisé dans le cadre des travaux du GT11 (action 1.1.5), les résultats ont conduit à l'élaboration d'un mode opératoire détaillé (Cazacliu, 2023)

#### 2.5.1.1.4 Test à la phénolphtaléine

Cet essai consiste à pulvériser de la phénolphtaléine sur les différents lots de GBR avant et après carbonatation dans le but de d'estimer la surface/profondeur carbonatée à l'aide de photos et du logiciel ImageJ.

La phénolphtaléine est un indicateur coloré qui réagit lorsque le pH est supérieur à 9 avec l'apparition de zone rose soutenu. Dès lors qu'une zone n'est pas colorée sur les GBR, on considère que son pH est inférieur à 9 et qu'il y a eu une réaction de carbonatation (naturelle ou accélérée).

Grace au logiciel ImageJ, les surfaces totales de chaque granulat ont été calculées puis pour chaque test à la phénolphtaléine, les surfaces réactives ont été calculées. Cela nous permet à terme de calculer un taux de surface réactive.

### 2.5.1.2 Campagnes d'essais BT19 et sensibilité BESITC

#### 2.5.1.2.1 Méthodes expérimentales modifiées

Les modifications suivantes ont été apportées aux méthodes présentées au paragraphe.

##### 2.5.1.1 Campagne d'essais initiale BESITC

Au cours de la campagne de sensibilité BESITC et de celle des BT19, seuls les essais d'absorption ont été menés pour caractériser les matériaux.

A l'exception des essais menés sur les échantillons de BESITC non carbonatés de la deuxième campagne pour l'étude de sensibilité (voir Tableau 15), les prises d'essais d'absorption sont de 150g.

En effet, pour la campagne de sensibilité BESITC (2<sup>ème</sup> campagne BESITC), il a été choisi de ne pas réutiliser les résultats des essais d'absorption des échantillons non carbonatés réalisés lors de la campagne initiale. Ces échantillons ont été conservés en étuve à 60°C et, au regard du temps écoulé entre les deux campagnes (environ 4 mois), il est cohérent de faire l'hypothèse du vieillissement de ces matériaux. De ce fait, ces essais ont été refaits. On constate alors que l'absorption sur les BESITC non carbonatés a diminué pour l'ensemble des classes granulaires, à l'exception de la classe 8/10.

Pour la campagne BT19, l'essai d'absorption a été conduit pour une immersion des échantillons de 24h.

### 2.5.1.2.2 Essais complémentaires - mesure du CO<sub>2</sub> capté par calcimétrie Bernard

Des essais complémentaires ont été menés sur ces matériaux (carbonatés et non carbonatés). Ne faisant pas partie de cet appel à projet, ils ne sont pas intégralement joints à ce rapport mais ils sont présentés pour partie dans les actes de congrès fournis en annexe.

Parmi ces essais complémentaires, certains menés sur les BT19 ont servi à la rédaction du chapitre 2 des recommandations du Projet National. Dans un souci de cohérence ils seront ajoutés à ce rapport, il s'agit des essais de mesure du CO<sub>2</sub> capté par calcimétrie Bernard.

Dans le cas de cette campagne BT19, les granulats étaient silico-calcaire ou calcaires. L'échantillonnage a été réalisé de la façon suivante. Il a été choisi de prélever des granulats d'égale représentativité entre les GRB et les GBRCa au regard de la quantité de mortier accolé (estimée visuellement) : nombre de granulats sans mortier, nombre de granulats avec mortier, quantité de mortier identique. Ce choix a été fait car l'objectif principal de cette campagne (hors appel à projet) était de comparer l'impact de la composition du béton sur l'évolution des propriétés et de la quantité de CaCO<sub>3</sub>. L'objectif n'était pas de proposer une méthode de mesure exacte du CO<sub>2</sub> capté par unité de masse de GBR.

Ainsi, dans le cas de cette campagne, le calcul de la proportion massique de carbonates nouvellement formés dans l'échantillon carbonaté n'a pas été rapporté à la masse initiale non carbonatée car l'échantillonnage réalisé n'est pas nécessairement représentatif de la quantité de mortier dans le matériau.

Comme la première campagne de mesure BESITC, celle-ci sur BT19 a mis en avant l'intérêt d'un tel essai pour quantifier le CO<sub>2</sub> capté par carbonatation accélérée. Par la suite, le protocole a été optimisé dans le cadre des travaux du GT11 (action 1.1.5), les résultats ont conduit à l'élaboration d'un mode opératoire détaillé (Cazacliu, 2023)

## 2.5.2 Suivi de la carbonatation

Le suivi de la carbonatation est effectué à l'aide :

- de l'évolution de la teneur en eau de l'échantillon de GBR au cours de la carbonatation (entrée et sortie de l'enceinte)
- de l'évolution des masses des échantillons de GBR séchés à 60°C avant et après carbonatation pour toutes les campagnes d'essais.
- d'un enregistrement des conditions thermohydriques de l'enceinte de carbonatation.

## 2.6 Résultats expérimentaux et analyses

L'ensemble des résultats expérimentaux présentés dans cette partie est retranscrits dans l'outil base de données joint à ce rapport.

Conformément aux objectifs de cette étude, un traitement statistique des données des campagnes d'essais menées par ICube est proposé dans cet outil (onglet « traitement des données », voir 3.4 de ce rapport pour le fonctionnement de l'outil relatif au traitement des données).

Cependant de façon à faciliter la lecture du rapport, les données de ces campagnes d'essais sont exploitées au fur et à mesure (tableaux et graphiques, avec analyse statistique) et quelques éléments d'analyse et d'interprétation sont proposés.

### 2.6.1 Campagne 1 : BESITC (C1 à C3)

*La plupart des résultats de cette campagne et leur analyse sont issus du stage de master 2 de Florian Schlupp (2020).*

**Avant-propos** : les tableaux et graphiques utilisent les acronymes et symboles suivants :

- SD : Standard deviation / écart type
- CV : Coefficient de variation : correspond au rapport de la moyenne et de l'écart type

Les symboles suivant sur les graphiques représentent :

- ⊗ La médiane
- La moyenne

### Retraitement des essais sans la carbonatation C1 :

La carbonatation C1 ayant été réalisée avec une teneur en eau initiale différente (naturelle, située entre 2,83% et 4,36% selon la classe granulaire et non fixée à 4%), il semble pertinent de présenter les résultats moyennés en excluant cette carbonatation.

Ainsi les résultats seront présentés dans un premier temps pour toutes les carbonatations C1 à C3 puis pour les seules C2 et C3.

#### 2.6.1.1 Masse volumique et absorption

Ci-dessous les résultats des essais d'absorption et de masse volumique avant et après carbonatation (moyennes sur l'ensemble des carbonatation C1 à C3).

L'évolution des masses volumiques et de l'absorption par classe granulaire est présentée dans le Tableau 6, Tableau 7 et illustrée Figure 10, Figure 10 et Figure 11 (WA<sub>48</sub> représente l'absorption en eau à 48h des granulats).

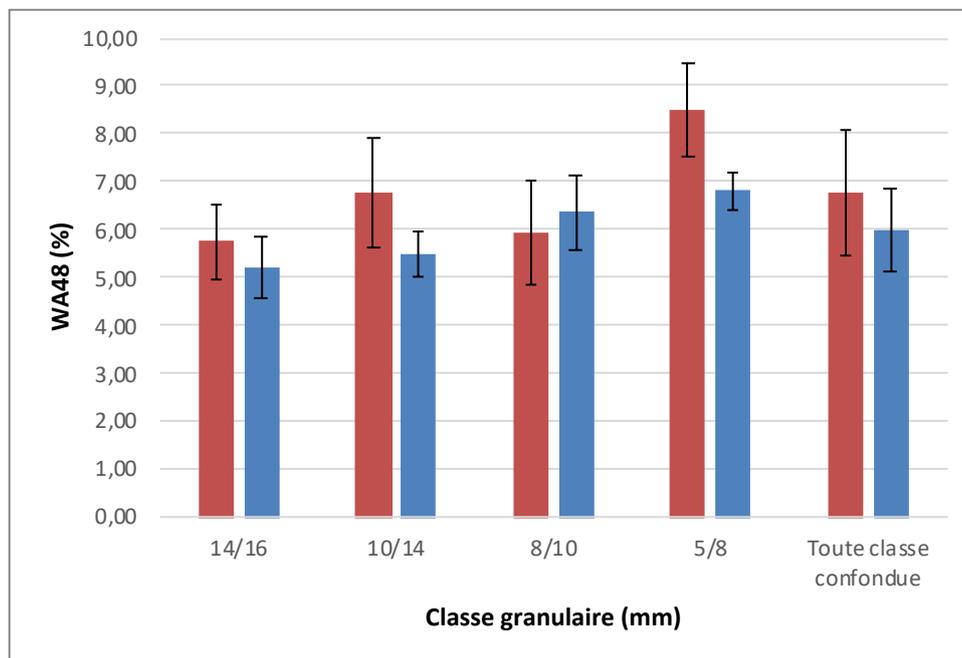


Figure 9 Evolution de l'absorption avant et après carbonatation par classe granulaire (C1 à C3)

« Toute classe confondue » : moyenne sur les 4 classes de tous les essais.

Une première lecture des résultats : baisse de l'absorption et de la variabilité sauf pour la classe 8/10. Les graphes et figures qui suivent détaillent ces résultats ou sont une présentation différente des résultats synthétisés de la Figure 9.

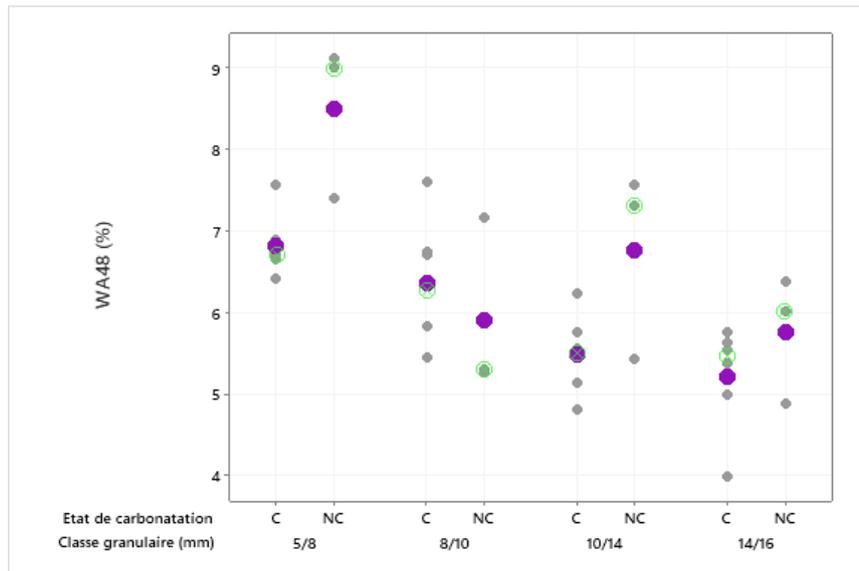
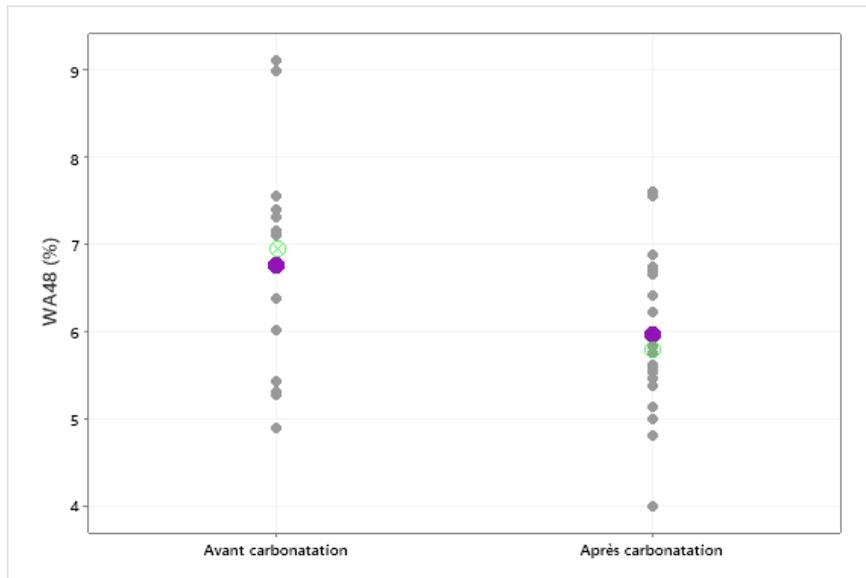
Figure 10 Evolution de l'absorption  $WA_{48}$  par tranche granulaire avant/après carbonatation

Tableau 6 Evolution des masses volumiques et de l'absorption par classe granulaire

		Avant carbonatation			Après carbonatation			Variation		
		Moyenne	SD	CV	Moyenne	SD	CV	Moyenne	SD	CV
GBR5/8	$WA_{48}$ %	8,5	0,96	11,25%	6,82	0,39	5,76%	-1,68	-0,56	-5,49%
	$\rho_a$ Mg/m <sup>3</sup>	2,63	0,02	0,60%	2,62	0,01	0,42%	-0,01	0	-0,19%
	$\rho_{rd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,15	0,04	1,78%	2,22	0,02	0,82%	0,07	-0,02	-0,96%
	$\rho_{ssd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,33	0,02	0,93%	2,37	0,01	0,51%	0,04	-0,01	-0,42%
GBR8/10	$WA_{48}$ %	5,91	1,08	18,33%	6,36	0,8	12,57%	0,45	-0,28	-5,75%
	$\rho_a$ Mg/m <sup>3</sup>	2,59	0,03	0,99%	2,61	0,01	0,53%	0,01	-0,01	-0,46%
	$\rho_{rd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,25	0,06	2,48%	2,24	0,04	1,69%	-0,01	-0,02	-0,80%
	$\rho_{ssd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,38	0,04	1,58%	2,38	0,02	0,99%	0	-0,01	-0,59%
GBR10/14	$WA_{48}$ %	6,77	1,16	17,21%	5,49	0,49	8,95%	-1,28	-0,67	-8,25%
	$\rho_a$ Mg/m <sup>3</sup>	2,61	0,02	0,87%	2,61	0,02	0,64%	-0,01	-0,01	-0,23%
	$\rho_{rd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,22	0,08	3,38%	2,28	0,03	1,28%	0,06	-0,05	-2,10%
	$\rho_{ssd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,37	0,05	2,27%	2,41	0,02	0,89%	0,03	-0,03	-1,39%
GBR14/16	$WA_{48}$ %	5,76	0,78	13,55%	5,21	0,65	12,50%	-0,55	-0,13	-1,06%
	$\rho_a$ Mg/m <sup>3</sup>	2,62	0,02	0,84%	2,62	0,02	0,82%	-0,01	0	-0,02%
	$\rho_{rd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,28	0,06	2,51%	2,3	0,03	1,10%	0,02	-0,03	-1,41%
	$\rho_{ssd}$ Mg/m <sup>3</sup>	2,41	0,04	1,77%	2,42	0,01	0,61%	0,01	-0,03	-1,16%

La totalité des classes granulaires montrent une baisse du coefficient de variation bien que minime pour la classe 14/16. Les classes les plus fines comme montrent une baisse importante.

Figure 11 Evolution de l'absorption  $WA_{48}$  avant et après carbonatation toute classe confondueTableau 7 Evolution toutes classes confondues de  $WA_{48}$ ,  $\rho_a$ ,  $\rho_{rd}$ , et  $\rho_{ssd}$ 

	Avant carbonatation			Après carbonatation			Variation absolue		
	Moyenne	SD	CV	Moyenne	SD	CV	Moyenne	SD	CV
<b><math>WA_{48}</math> %</b>	6,77	1,32	19,44%	5,97	0,87	14,55%	-0,80	-0,45	-4,89%
<b><math>\rho_a</math> Mg/m<sup>3</sup></b>	2,61	0,02	0,82%	2,61	0,02	0,61%	0,00	-0,01	-0,21%
<b><math>\rho_{rd}</math> Mg/m<sup>3</sup></b>	2,22	0,07	2,97%	2,26	0,04	1,88%	0,04	-0,02	-1,09%
<b><math>\rho_{ssd}</math> Mg/m<sup>3</sup></b>	2,37	0,04	1,80%	2,39	0,03	1,11%	0,02	-0,02	-0,69%

De manière générale, le coefficient de variation des différents résultats diminue après l'essai de carbonatation pour chacun des paramètres. La valeur d'absorption à 48h égale à 6,77% reste cependant importante en comparaison avec des granulats naturels calcaires qui possèdent une absorption de 1,39% (essais réalisés avec la même méthodologie). Le coefficient de variation baisse de manière significative pour l'absorption (-4,89%).

Globalement, la carbonatation engendre la diminution du taux d'absorption des granulats recyclés ainsi que leur coefficient de variabilité. On observe une baisse entre l'avant et l'après carbonatation plus significative pour les classes 5/8 et 10/14, le comportement de la classe 8/10 semble singulier. On peut observer une baisse de la valeur moyenne avec de l'augmentation de la classe granulaire, cela est due à la présence de granulats naturel en plus grande proportion dans ces classes granulaires.

### Moyenne des résultats obtenus sur les carbonatations C2 et C3 uniquement (même teneur en eau initiale)

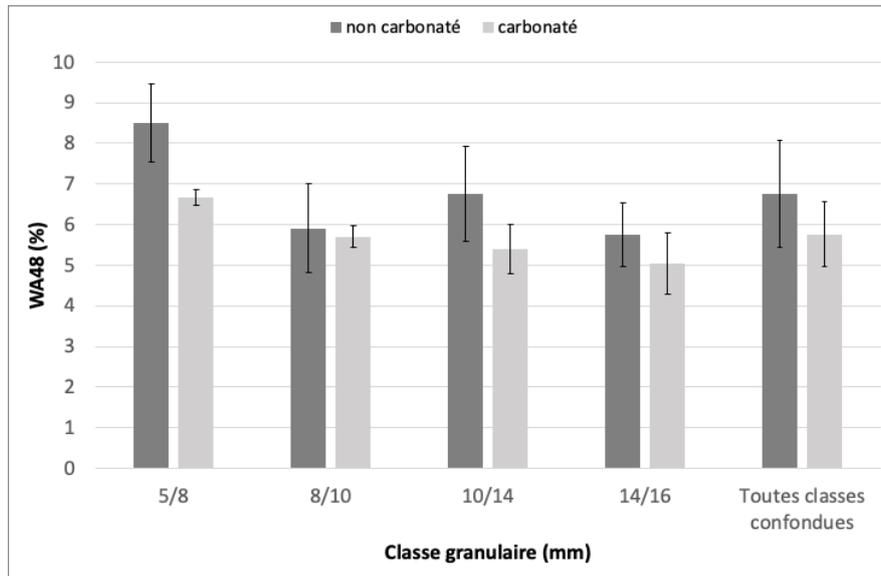


Figure 12 Évolution de l'absorption avant et après carbonatation par classe granulaire (C2 et C3)

#### 2.6.1.2 Synthèse des résultats de Micro Deval sec

Les évolution du coefficient MDS en fonction de l'état de carbonatation et des classes granulaires est présentée dans le Tableau 8 et Tableau 9 et illustrée avec la Figure 14 et la Figure 13.

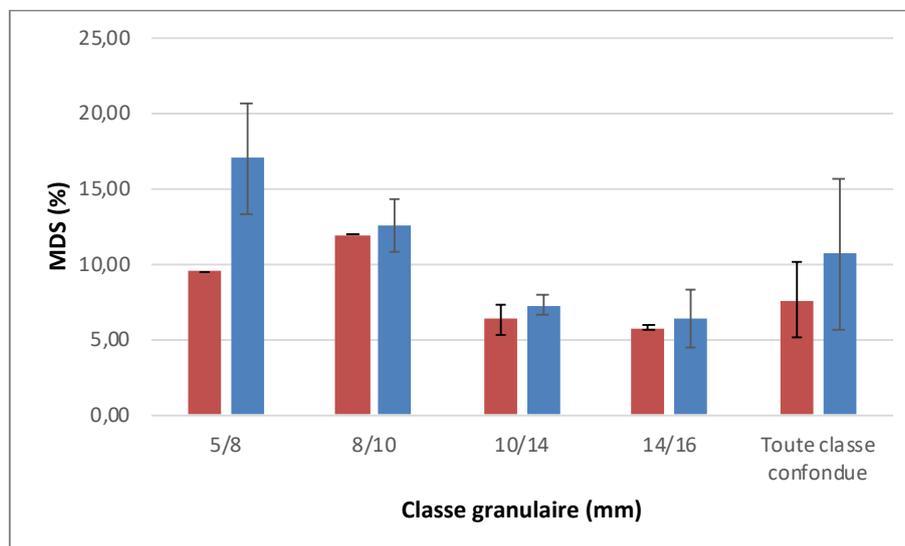


Figure 13 Évolution du MDS en fonction des classes granulaires (C1 à C3)

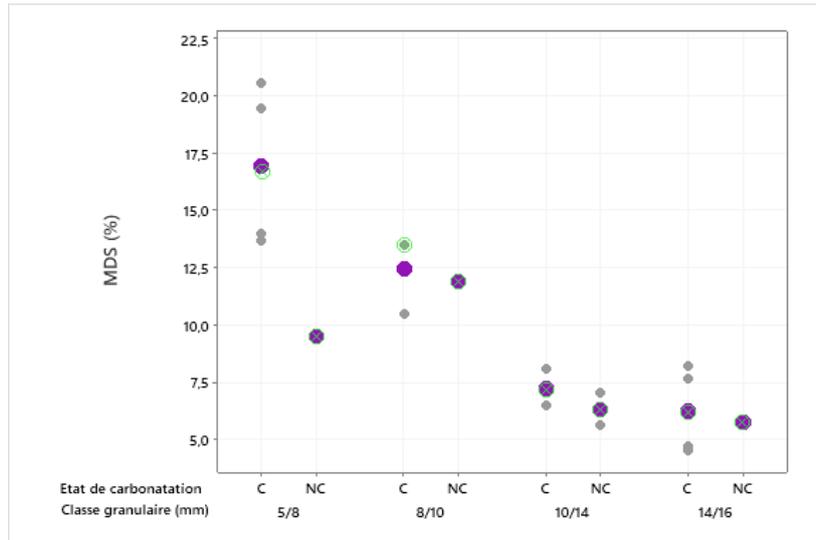


Figure 14 Evolution du coefficient MDS en fonction de l'état de carbonatation et des classes granulaires

Tableau 8 Evolution du MDS avant et après carbonatation par classe granululaire

	Avant carbo			Après carbo			Variation		
	Moyenne	SD	SD rel	Moyenne	SD	SD rel	Moyenne	SD	CV
GBR5/8	9,49	/	/	16,93	3,62	21,35%	7,44	/	/
GBR8/10	11,88	/	/	12,48	1,73	13,86%	0,61	/	/
GBR10/14	6,31	1,00	15,79%	7,21	0,66	9,12%	0,90	-0,34	-6,67%
GBR14/16	5,75	0,10	1,80%	6,27	1,92	30,68%	0,52	1,82	28,88%

Les évolutions du coefficient MDS en fonction de l'état de carbonatation et des classes granulaires sont illustrées par la Figure 13 et Figure 14.

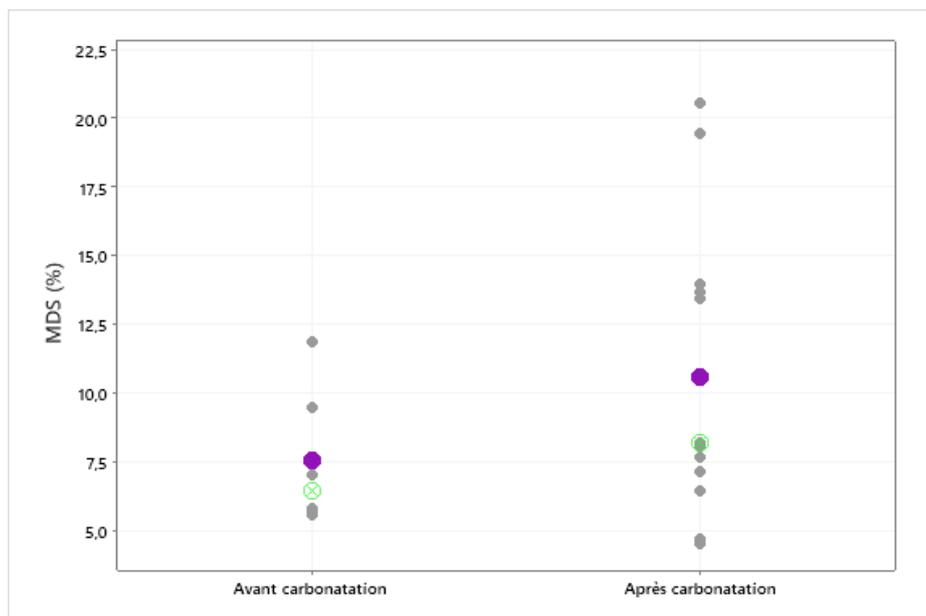


Figure 15 Évolution du MDS avant et après carbonatation toute classe confondue

Tableau 9 Evolution globale du coefficient MDS

Avant carbonatation			Après carbonatation			Variation absolue		
Moyenne	SD	CV	Moyenne	SD	CV	Moyenne	SD	CV
7,58	2,57	33,89%	10,61	5,00	47,11%	3,02	2,43	13,22%

Globalement, le coefficient MDS augmente pour toutes les classes granulaires et ces plages de variation ne diminuent pas.

Il faut rester prudent concernant les valeurs des essais car le nombre d'essais pour certaines classes granulaires n'est pas élevé (1-2 essais pour les classes 5/8 et 8/10). On observe cependant une hausse des valeurs moyennes pour chaque classe. Cette hausse est particulièrement importante pour la classe 5/8 (7,44%).

On peut supposer que ces résultats sont liés aux polymorphes de carbonates de calcium formés (calcite, vaterite ou aragonite).

**Moyenne des résultats obtenus sur les carbonatations C2 et C3 uniquement (même teneur en eau initiale)**

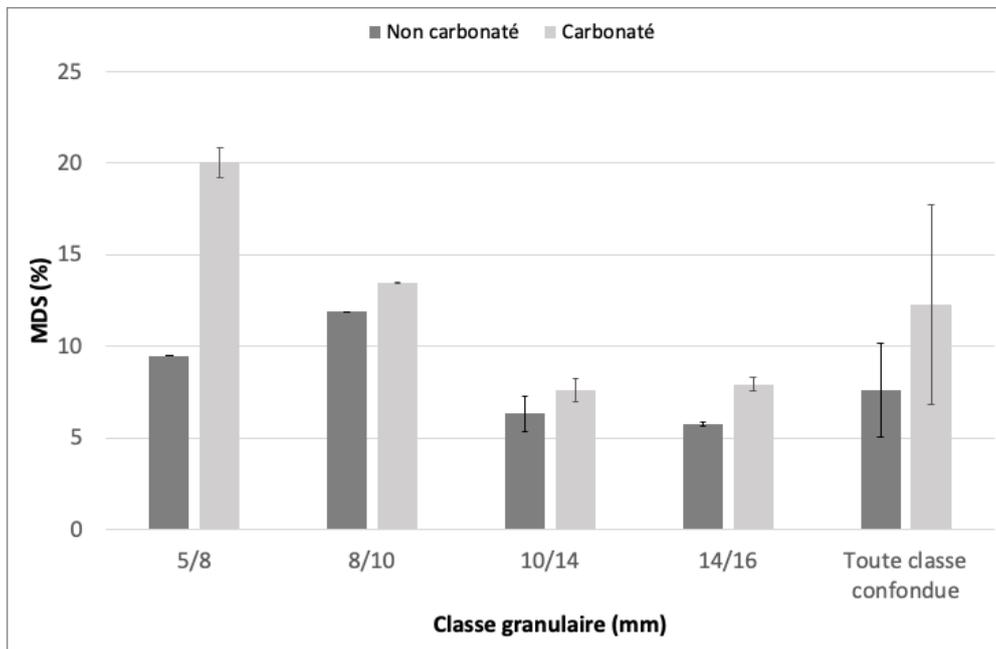


Figure 16 Évolution du MDS en fonction des classes granulaires (C2 et C3)

### 2.6.1.3 Gain de masse au cours de la carbonatation

Ci-dessous les résultats des essais de carbonatation présentés avec le Tableau 10 et illustrés avec la Figure 17, Figure 18 et Figure 19.

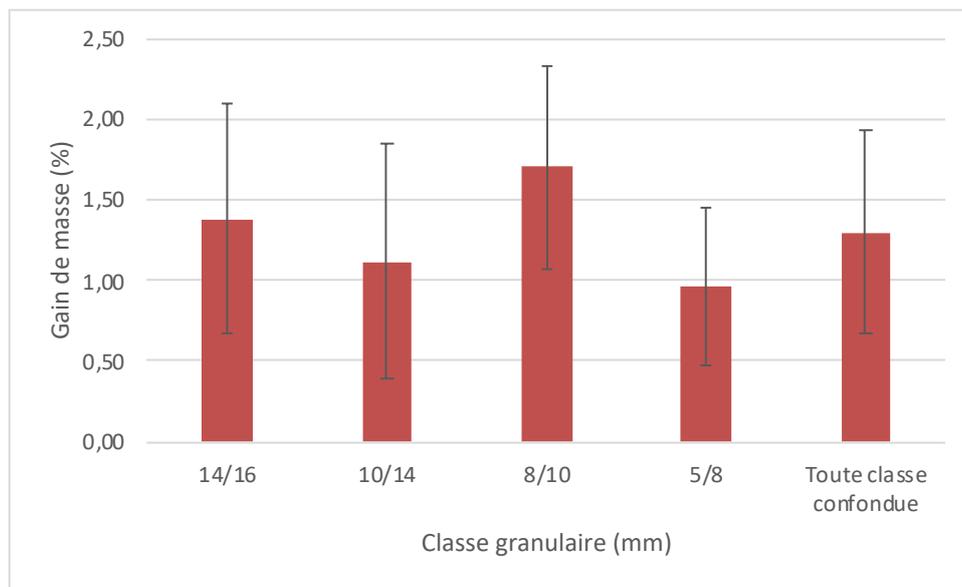


Figure 17 Gain de masse à l'issue de la carbonatation par classe granulaire (C1 à C4)

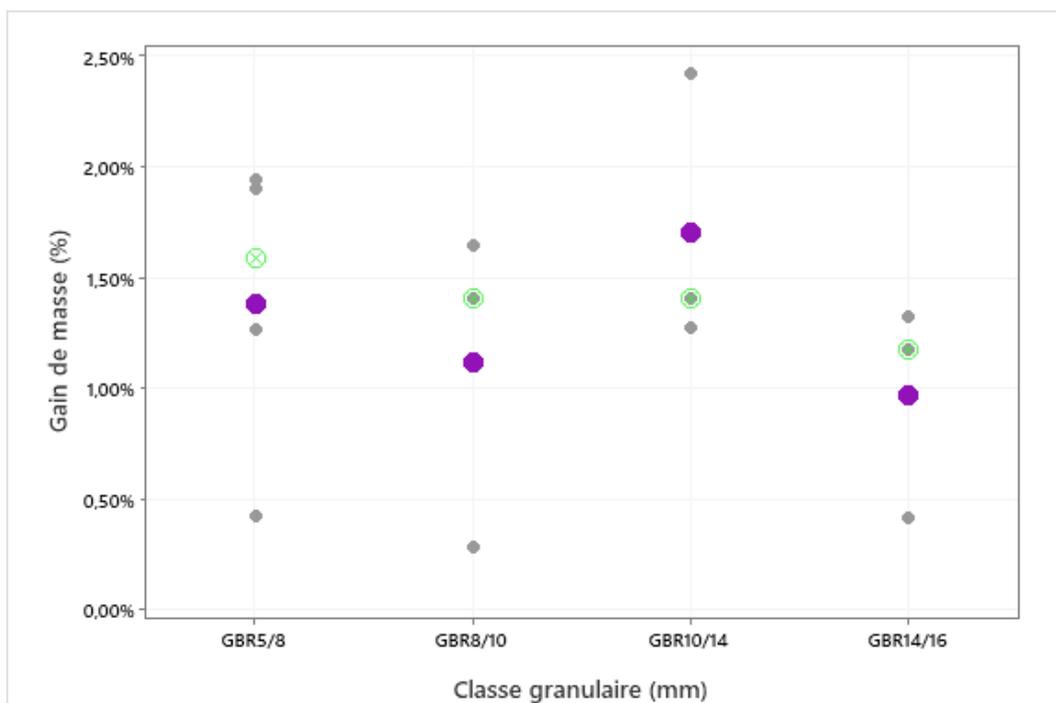


Figure 18 Répartition du gain de masse après carbonatation en fonction des classes granulaires

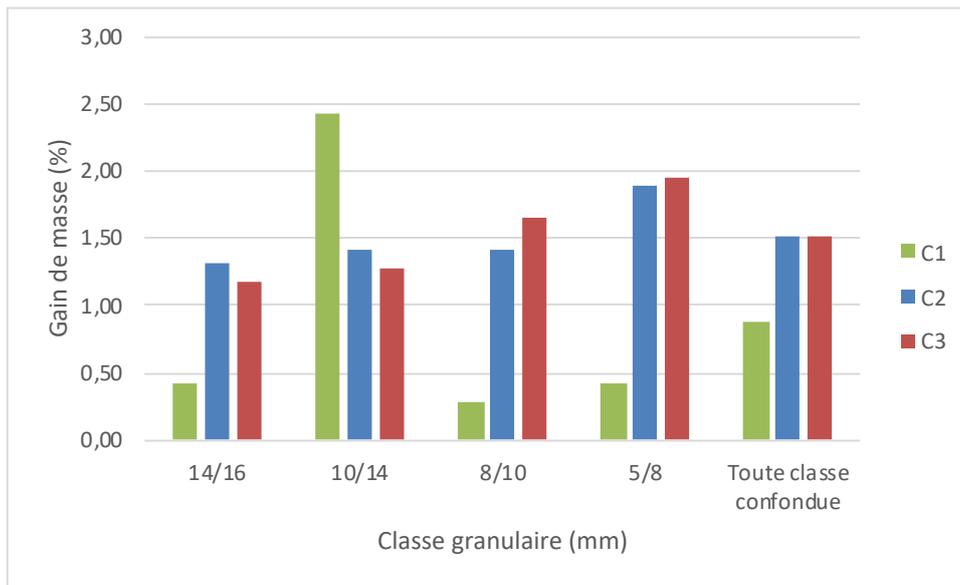


Figure 19 Évolution du gain de masse par classe granulaire et essais de carbonatation



Figure 20 Evolution du ratio de carbonatation toute classe confondue

Tableau 10 Gain de masse par classe granulaire (C1 à C3)

	Gain de masse expérimental %
GBR5/8	1,42
GBR8/10	1,11
GBR10/14	1,70
GBR14/16	0,97
Toute classe confondue	1,30

La Figure 19 montre un effet de taille sur le gain de masse lors des carbonatations. De manière générale une particule de taille plus petite possède une surface spécifique plus importante ce

qui lui permet de capturer bien plus de CO<sub>2</sub>. Bien que la première expérience de carbonatation ne converge pas vers ces conclusions (réalisée avec une teneur en eau non constante), l'article de Zhan et al. (Baojian Zhan, 2014) observe les mêmes conclusions.

On observe une dispersion entre les différents essais est importante, notamment en raison des conditions différentes de la C1.

### Moyenne des résultats obtenus sur les carbonatations C2 et C3 uniquement (même teneur en eau initiale)

Tableau 11 Gain de masse par classe granulaire (C2 et C3)

	Gain de masse expérimental %
GBR5/8	1,92
GBR8/10	1,53
GBR10/14	1,34
GBR14/16	1,25
Toute classe confondue	1,51

#### 2.6.1.4 Synthèse des résultats de teneur en CaCO<sub>3</sub> sur mortier accolé

##### Remarque :

Les résultats sont présentés en % de CaCO<sub>3</sub>, les teneurs en CO<sub>2</sub> peuvent être déduite des teneurs en CaCO<sub>3</sub> présentées ci-après en appliquant la formule :

$$\%mCO_2 = \frac{\%mCaCO_3 * MCO_2}{M_{CaCO_3}}$$

$M_{CaCO_3}$  → Masse molaire du CaCO<sub>3</sub> égale à : 100,09 g/mol

$M_{CO_2}$  → Masse molaire du CO<sub>2</sub> égale à : 40,01 g/mol

Rappel les teneurs présentées et leur évolution sont calculées sur le mortier accolé, les résultats seraient différents calculés sur le GBR.

Cette façon de procéder ne permet pas de calculer le CO<sub>2</sub> capté par unité massique de GBR.

L'évolution de la teneur en CaCO<sub>3</sub> par classe granulaire est présentée avec le Tableau 12 et illustrée par la Figure 21.

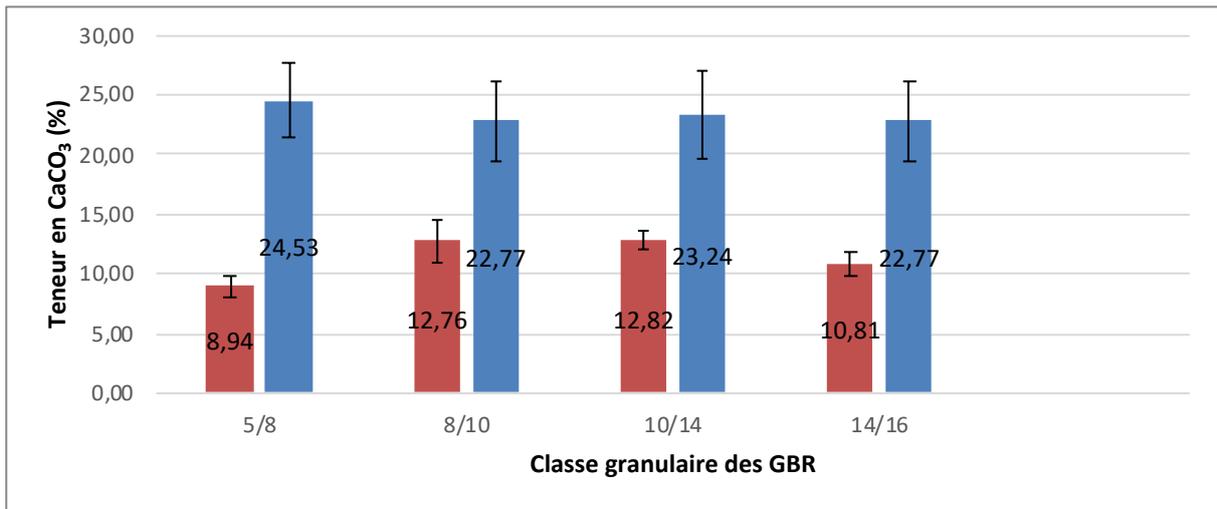


Figure 21 Evolution de la teneur en CaCO<sub>3</sub> par classe granulaire (C1 à C3)

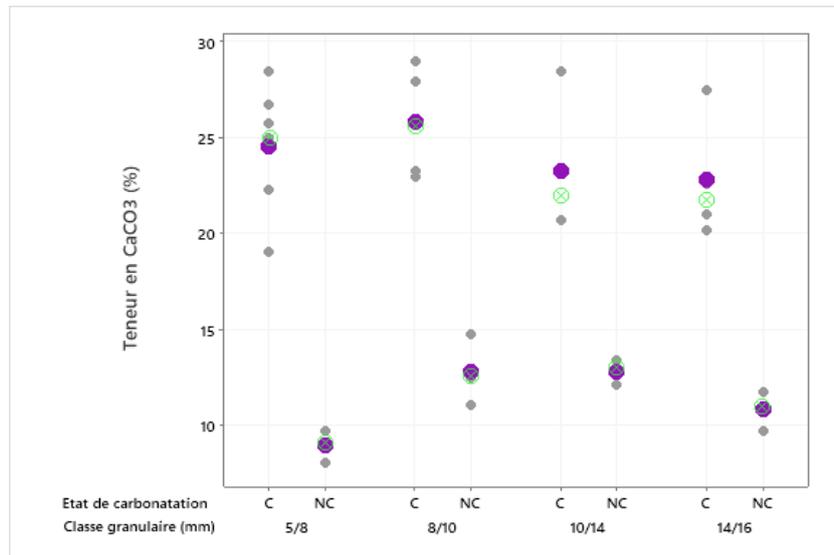


Figure 22 Evolution de la teneur en CaCO<sub>3</sub> avant et après carbonatation par classe granulaire

C : matériau carbonaté

NC : matériau non carbonaté

Tableau 12 Évolution de la teneur en CaCO<sub>3</sub> par classe granulaire

	Avant carbo			Après carbo			Variation		
	Moyenne %	SD %	CV	Moyenne %	SD %	CV	Moyenne %	SD %	CV
GBR5/8	8,94	0,83	9,30%	24,53	3,06	12,49%	15,58	2,23	3,19%
GBR8/10	12,76	1,83	14,34%	25,76	3,10	12,03%	13,00	1,27	-2,31%
GBR10/8	12,82	0,67	5,23%	23,24	3,64	15,67%	10,42	2,97	10,44%
GBR14/16	10,81	1,00	9,29%	22,77	3,27	14,34%	11,96	2,26	5,05%

On observe qu'au minimum 10% de  $\text{CaCO}_3$  se forme durant l'expérience de carbonatation et qu'il semble avoir un effet de taille sur la formation de  $\text{CaCO}_3$ .

Globalement, on n'observe pas de diminution du coefficient de variation entre les classes granulaires, hormis pour la classe 8/10 où il baisse de 2,31% après la carbonatation. La teneur en  $\text{CaCO}_3$  augmente pour toutes les classes granulaires et pas de différence notable entre classe n'est observée pour cette teneur en  $\text{CaCO}_3$ .

L'évolution globale de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  est illustrée avec la Figure 23.

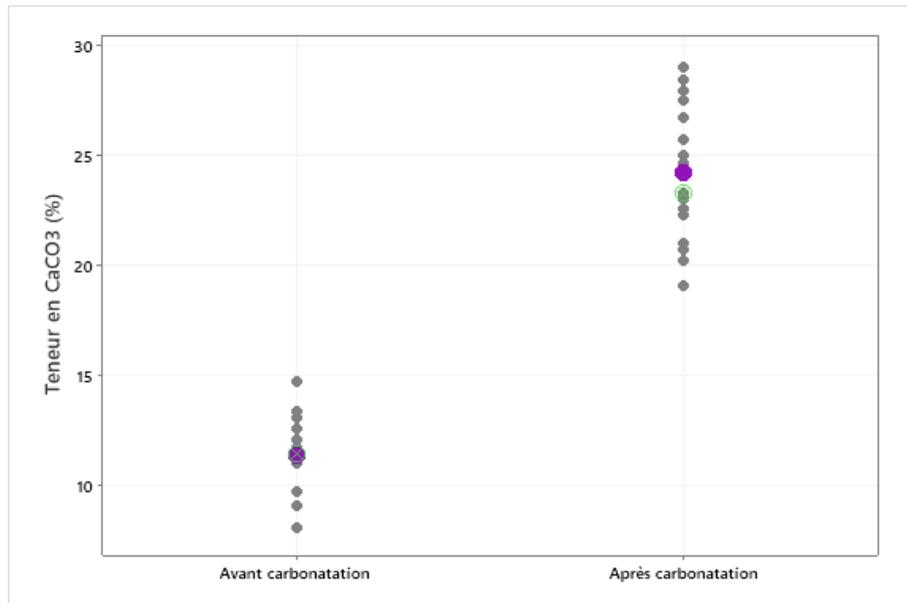


Figure 23 Evolution de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  avant et après carbonatation toute classe confondue

Tableau 13 Evolution globale de la teneur en  $\text{CaCO}_3$

Avant carbonatation			Après carbonatation			Variation absolue		
Moyenne %	SD %	CV	Moyenne %	SD %	CV	Moyenne %	SD %	CV
11,33	1,95	17,19%	24,15	3,16	13,07%	12,81	1,21	-4,12%

L'évolution de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  confirme que la réaction de carbonatation est effective. De manière générale le coefficient de variation diminue.

Comme attendu, la teneur en  $\text{CaCO}_3$  mesurée augmente. La Figure 23 montre un étalement plus important des taux de  $\text{CaCO}_3$  mesurés après la carbonatation et un décalage entre la

médiane et la moyenne qui montre une asymétrie des résultats tendant vers une valeur plus importante.

**Moyenne des résultats obtenus sur les carbonatations C2 et C3 uniquement (même teneur en eau initiale)**

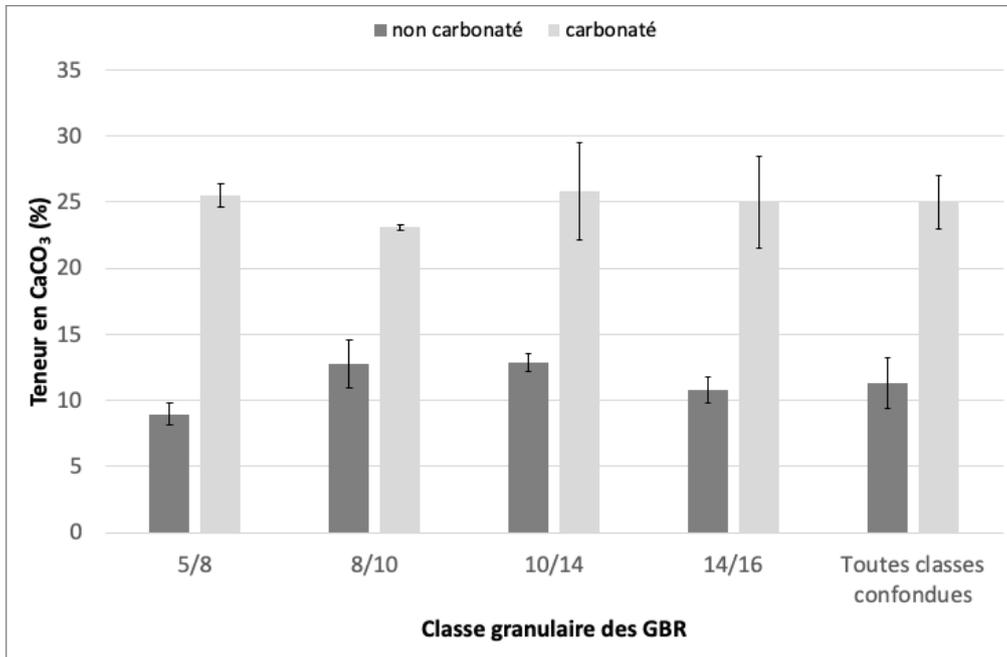


Figure 24 Évolution de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  par classe granulaire (C2 et C3)

### 2.6.1.5 Test à la phénolphtaléine

La Figure 25 et Figure 26 illustre les résultats des tests à la phénolphtaléine avant et après carbonatation.

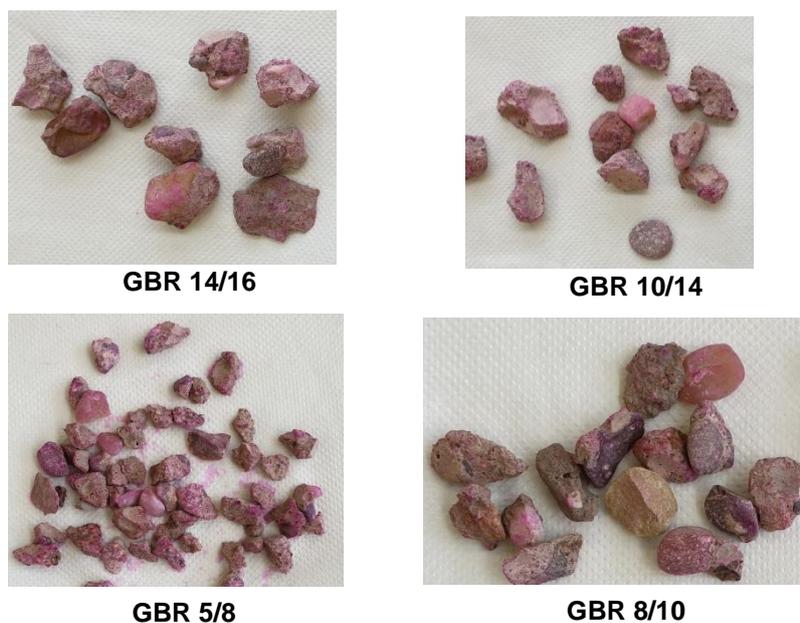


Figure 25 Essais de phénolphtaléine avant carbonatation

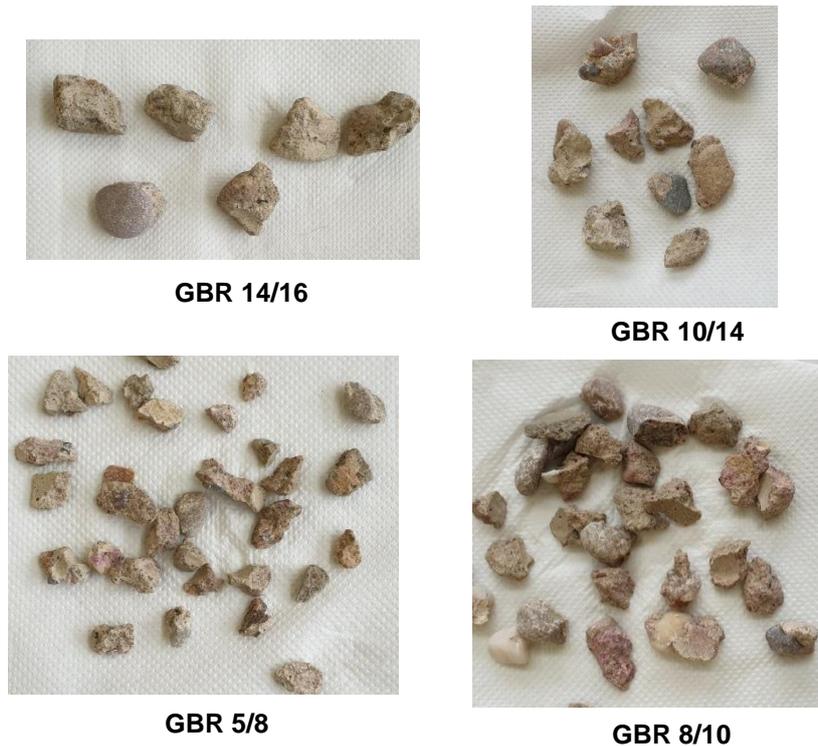


Figure 26 Essais de phénolphtaléine sur des échantillons de la carbonatation 1

L'analyse avec le logiciel ImageJ permet de déterminer le pourcentage de surface réactive à la phénolphtaléine.

Tableau 14 Analyse des surfaces réactives à la phénolphtaléine

	Surface moyenne réactive %			
	Avant carbonatation	Carbonatation 1	Carbonatation 2	Carbonatation 3
GBR14/16	72,93	0	0	0
GBR10/14	78,84	1,07	0	0
GBR8/10	20,36	2,06	0	0
GBR5/8	69,37	2,69	0	0

En analysant les essais avant et après carbonatation, on remarque que :

- Avant la carbonatation une partie de la surface des GBR est déjà carbonatée, ce qui est attendu pour des granulats stockés à l'air libre.
- Après la carbonatation et spécifiquement sur l'essai de carbonatation 1 que la totalité de la surface des GBR n'est pas carbonatée contrairement aux essais 2 et 3.

On observe qu'avant la carbonatation toute la surface des granulats ne réagit pas à la phénolphtaléine ce qui nous indique que la carbonatation naturelle a déjà commencée. A l'issue du premier essai de carbonatation la surface des granulats n'est pas complètement carbonatée. A l'issue des 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> essais la totalité de la surface est carbonatée. Cela permet de valider le protocole de préparation des échantillons mis en place dans un deuxième temps.

### 2.6.1.6 Évolution de la teneur en eau au cours de l'essai de carbonatation

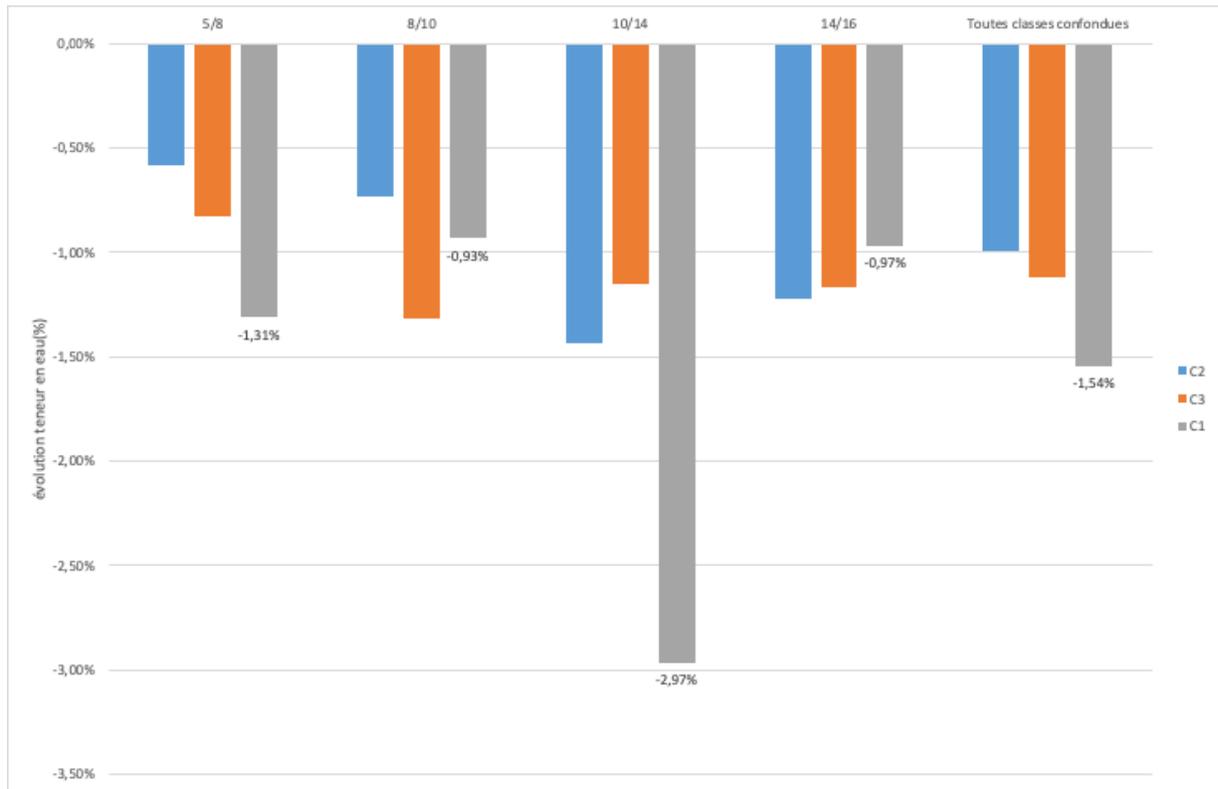
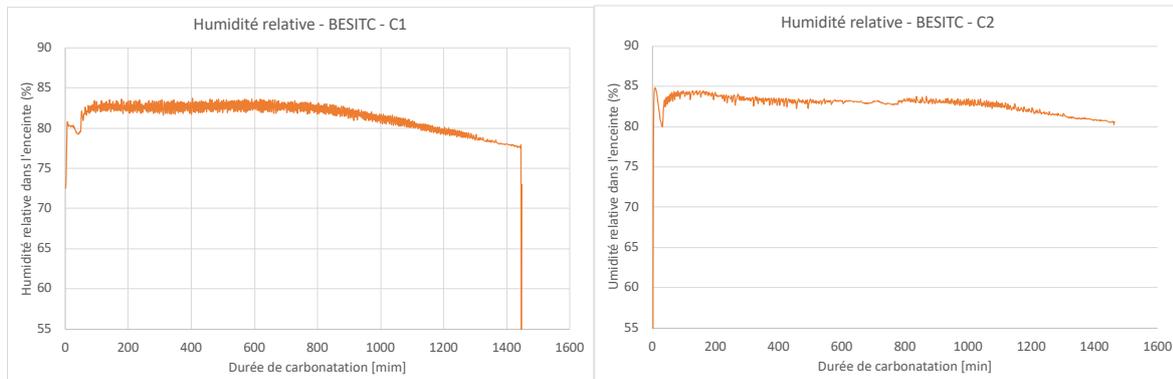


Figure 27 Variation de la teneur en eau par classe granulaire (C1 à C3)

Les conditions thermo-hydriques ne sont pas conservées au cours des carbonatations. Les matériaux sèchent au cours de l'essai. La carbonatation 1 montre plus de dispersion intergranulaire.

Ceci peut être dû en partie à la carbonatation simultanée des 4 classes granulaires (quantité importante de matériau dans l'enceinte : 12 kg).

Au-delà de ce séchage il y a également une libération d'eau au cours de la réaction de carbonatation. Ces échanges hydriques sont confirmés par le suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation (cf figure ci-dessous). On constate qu'il n'est pas possible de maintenir les 60% d'humidité donnés en consigne. Il est probable que l'humidité ambiante était déjà au delà de 60%, le système de régulation de ce type d'enceinte de carbonatation (enceinte usuelle) par effet Peltier ne permet pas de descendre à l'humidité choisie avec des matériaux humide en grande quantité, d'autant plus que ceux-ci dégagent de l'eau au cours de la réaction de carbonatation.



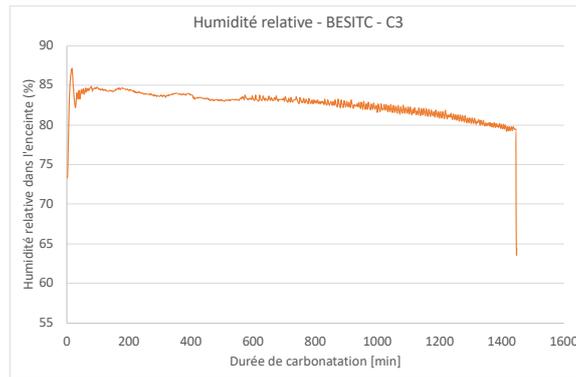


Figure 28 Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte (C1 à C3)

## 2.6.2 Campagne 2 : BESITC études de sensibilité

Pour rappel, cette étude de sensibilité sur les BESITC concerne :

- Une carbonatation désignée C6 (pré-mouillage à 75% de l'absorption) est la carbonatation de référence.
- Une carbonatation désignée C7 correspond à une quantité de matériaux carbonatés réduite au regard du volume de l'enceinte de carbonatation.
- Une carbonatation désignée C9 correspond à différentes teneurs en eau initiale rapportée à l'absorption : de l'échantillon sec à l'échantillon en état saturé surface sèche soit : 0% ; 50% ; 75% et 100%.
- Une carbonatation désignée C10 correspond à une température dans l'enceinte de carbonatation de 50°C.

### 2.6.2.1 Evolution de l'absorption suite à l'essai de carbonatation

Comme précisé au paragraphe 5.5.1.2, les essais d'absorption de référence (échantillons non carbonatés) ont été refaits pour la campagne d'essais de sensibilité BESITC. Le Tableau 15 présente une comparaison des résultats obtenus lors de ces deux phases d'essais

Tableau 15 : Comparaison des mesures d'absorption sur échantillons non carbonatés des deux campagnes d'essais sur BESITC

Classe granulaire	5/8			8/10			10/14				14/16			
Prise d'essais [g]	57	55	200	54,2	55	200	59,5	55	200	1000	65	55	200	1000
Nombre de répétitions	3	2	2	3	2	2	3	2	2	1	3	3	2	1
Etude initiale Absorption (%)	8,50			5,91			6,77				5,76			
Etude de sensibilité Absorption (%)		7,4			6,75			5,57				4,95		

On constate que le vieillissement des échantillons (environ 5 mois) a tendance à faire baisser l'absorption des échantillons non traités par carbonatation (carbonatation naturelle, évolution des phases cristallines). Lors de la campagne d'essais initiale, les échantillons de classe 8/10 ont présenté une absorption particulièrement faible, peut-être sous-estimée. Cela explique en partie le fait que cette classe soit la seule qui semble présenter une augmentation de l'absorption avec le vieillissement.

Dans les paragraphes qui suivent sont donnés les résultats de l'évolution de l'absorption et de sa variabilité au cours de l'absorption.

## 2.6.2.1.1 Carbonatation C6

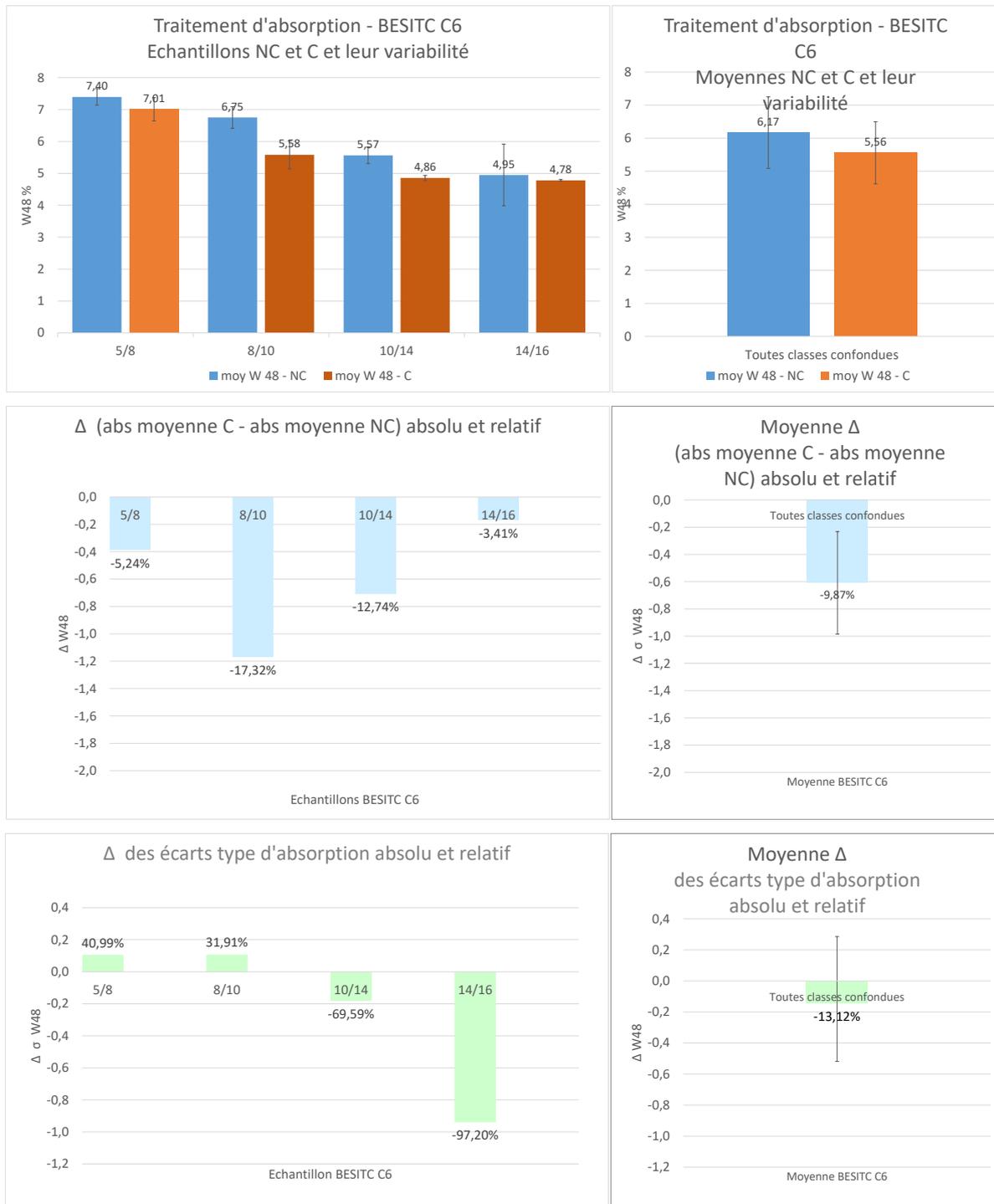


Figure 29 : Absorption et variabilité après carbonatation C6 réf BESITC

Quelle que soit la classe granulaire, l'absorption diminue après la carbonatation. (Valeur absolue et relative). A noter que la valeur avant absorption de l'échantillon 8/10 présente une valeur un peu élevée. De ce fait, la baisse d'absorption semble surestimée. On peut aussi remarquer que la variabilité avant absorption de l'échantillon 14/16 est très élevée, ce qui est logique au regard du VER. Très faible baisse de l'absorption de l'échantillon 14/16.

L'évolution des écarts type de l'absorption est dépendante de la classe granulaire : pour les petites classes granulaires, celui-ci augmente légèrement, au contraire pour les classes granulaires élevées, l'écart type diminue. On peut faire l'hypothèse que ceci est lié à l'accessibilité au réseau poreux, lui-même dépendant de la quantité de pâte/mortier résiduel.

## Carbonatation C7

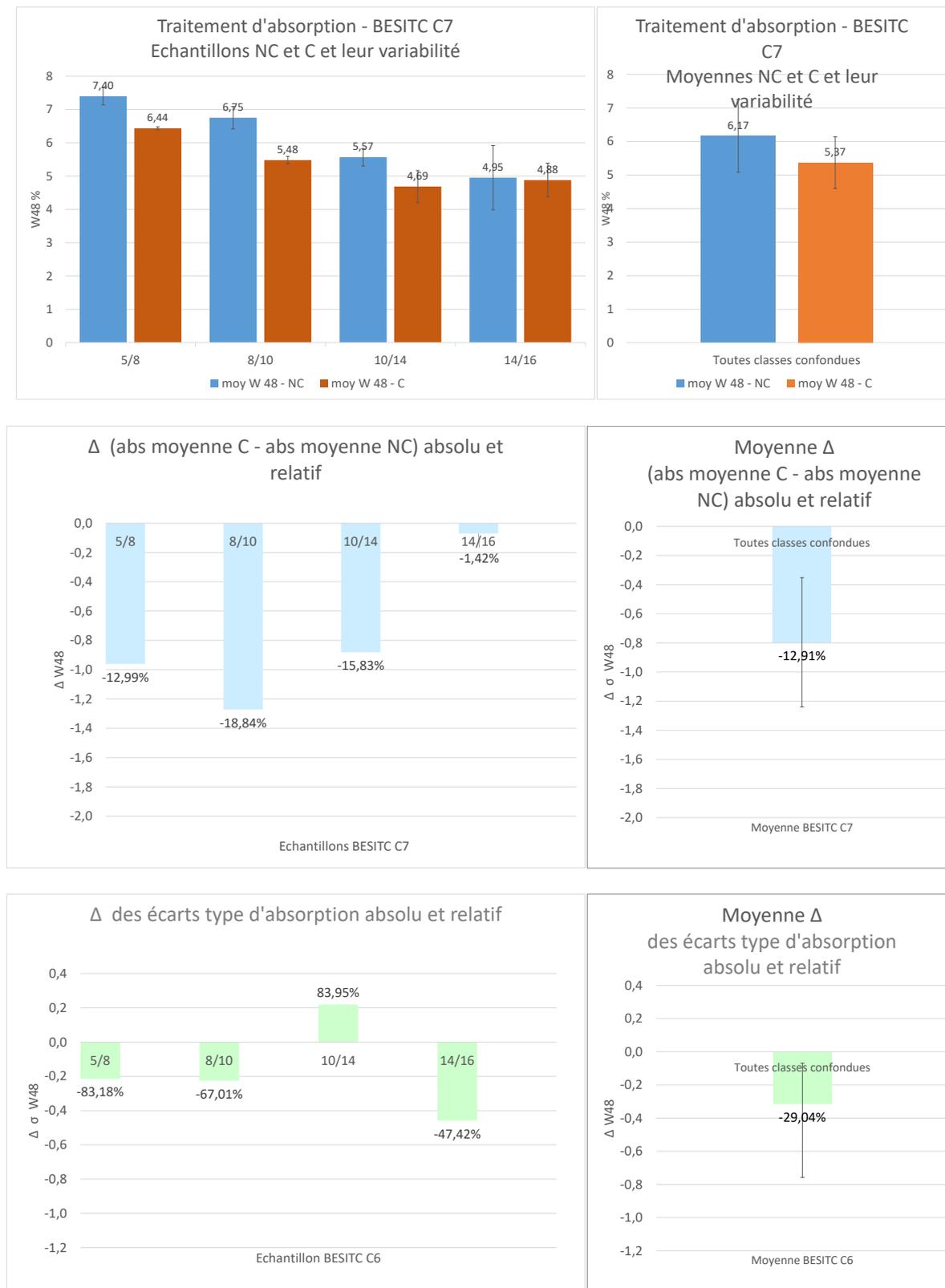


Figure 30 : Absorption et variabilité après carbonatation C7 quantité enceinte BESITC

Les résultats vont dans le même sens que la carbonatation C6 (sauf pour l'écart type de la classe 10/14, élevé post carbonatation). La diminution de la quantité de matériau dans l'enceinte semble améliorer légèrement l'efficacité du traitement au regard de la diminution de l'absorption et de sa variabilité (par classe et toute classe confondues). Les résultats sur l'évolution de la variabilité de l'absorption sont plus dispersés.

### 2.6.2.1.2 Carbonatation C10

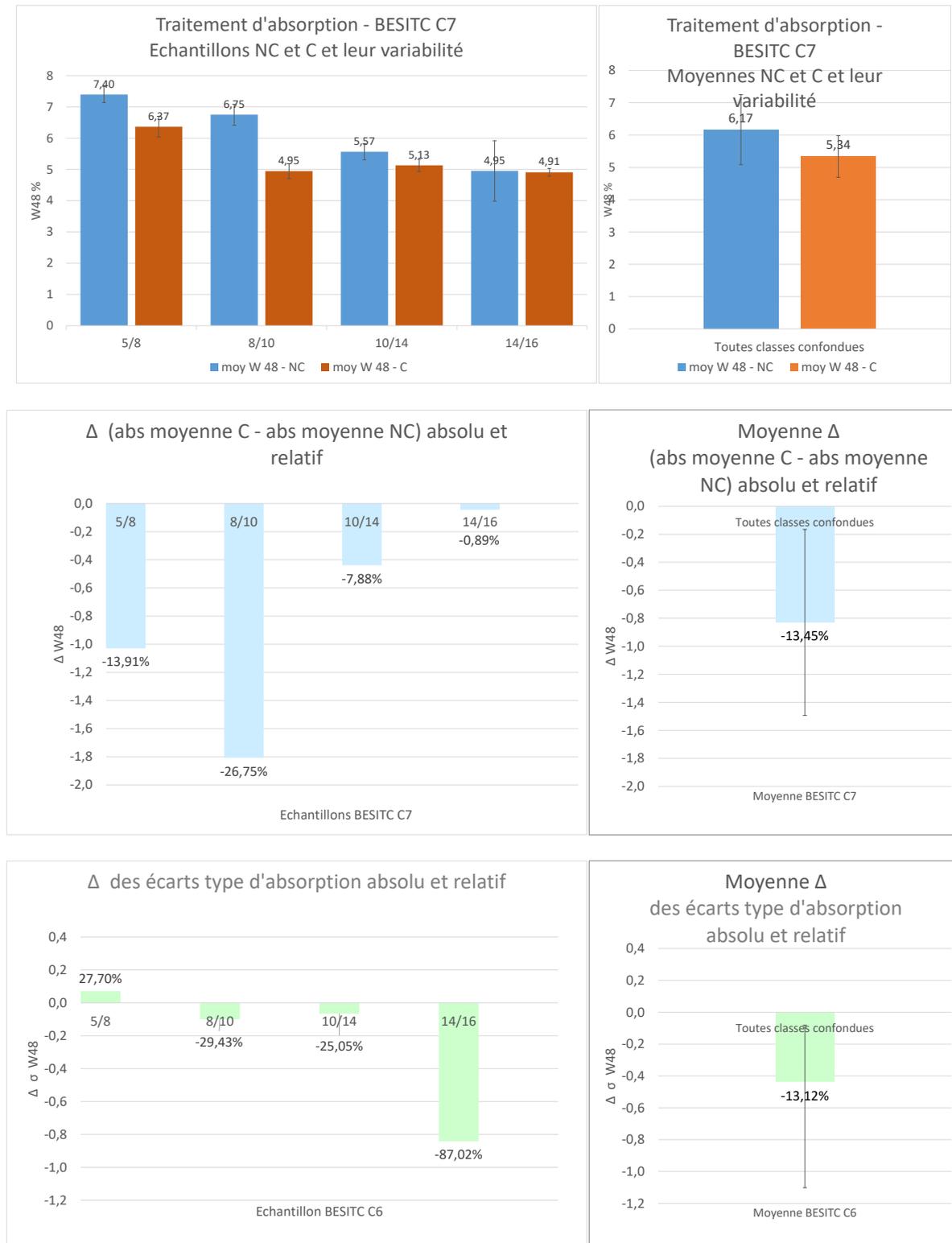


Figure 31 : Absorption et variabilité après carbonatation C10 50°C BESITC

La quantité de matériau dans l'enceinte est identique à celle de la C7, nous comparons donc les 2 expériences. Nous constatons que le traitement à 50°C ne semble pas améliorer l'efficacité de la carbonatation vis-à-vis de la baisse d'absorption, et ceux quelle que soit la classe granulaire.

2.6.2.1.3 Carbonatation C9

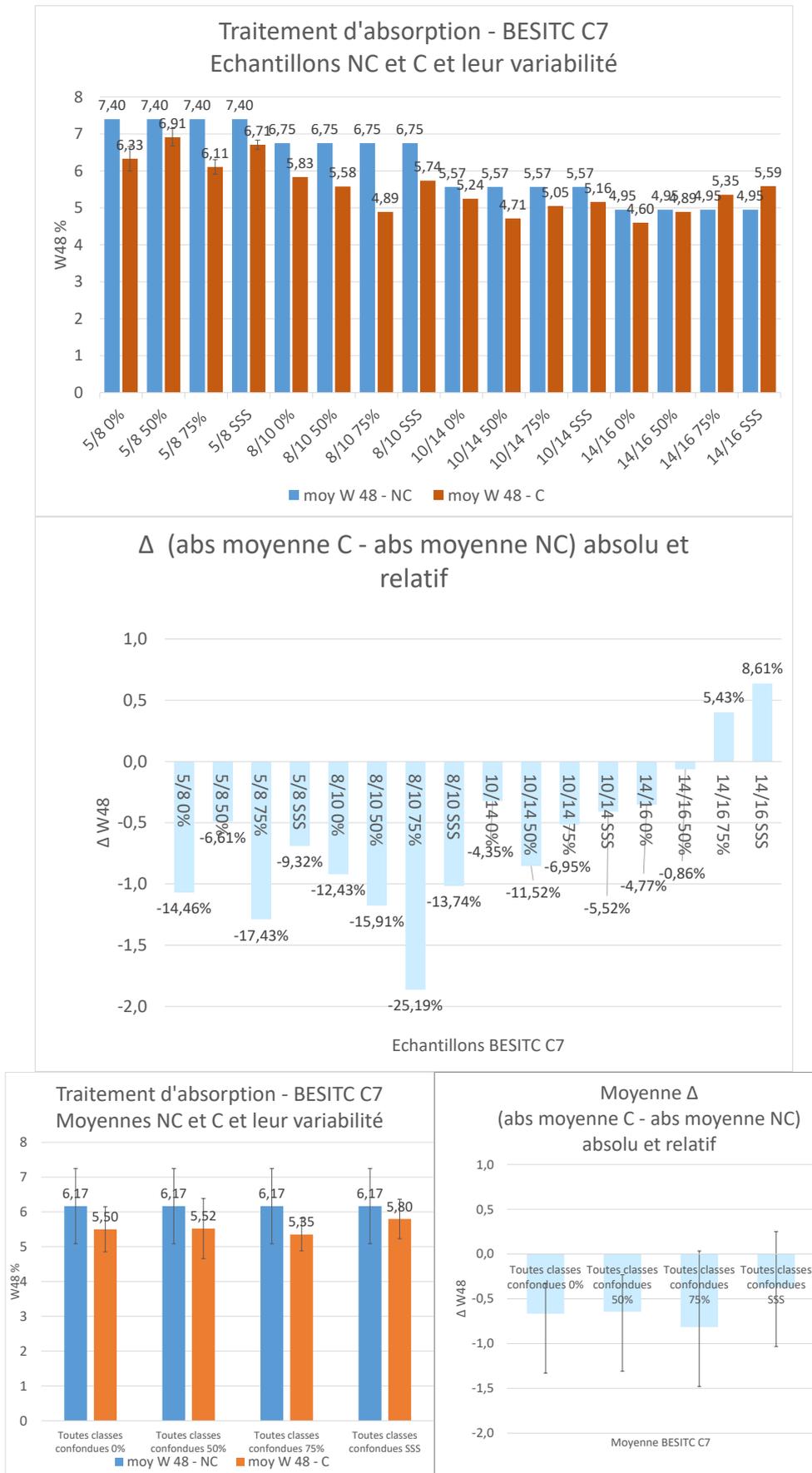


Figure 32 : Absorption et variabilité après carbonatation C9 différentes w ini BESITC

L'influence de la teneur en eau initiale est dépendante de la classe granulaire. On confirme une teneur en eau initiale proche de 75% pour les petites classes granulaires (5/8 et 8/10), pour les classes granulaires supérieures, cet optimum semble se déplacer vers des valeurs inférieures (50% voire moins). Les résultats sur la classe granulaires 14/16 sont discutables en raison d'une part de la grande variabilité de l'absorption sur les matériaux non carbonatés et d'autre part de la faible efficacité du traitement vis-à-vis de la réduction de l'absorption constatée précédemment. Par ailleurs les échantillons ayant été traités simultanément dans l'enceinte, on peut supposer qu'un rééquilibrage des teneurs en eau s'est effectué au cours de la carbonatation (voir Figure 43).

## 2.6.2.2 Gain de masse au cours de la carbonatation

### 2.6.2.2.1 Carbonatation C6

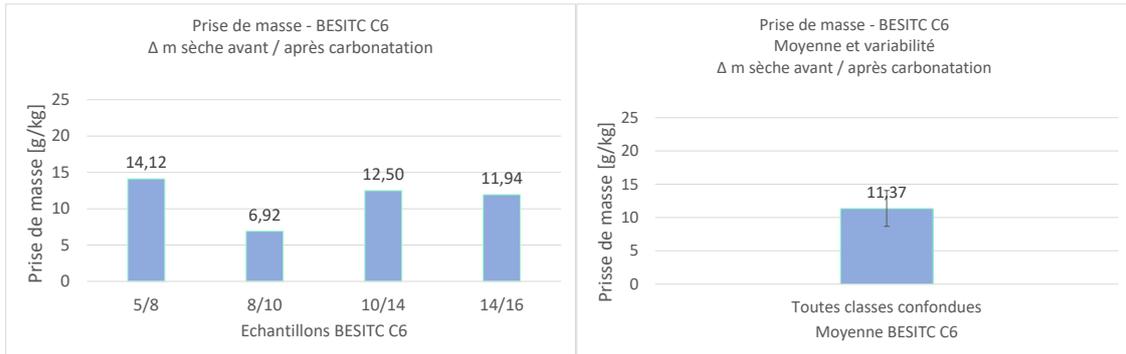


Figure 33 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C6 réf BESITC

### 2.6.2.2.2 Carbonatation C7

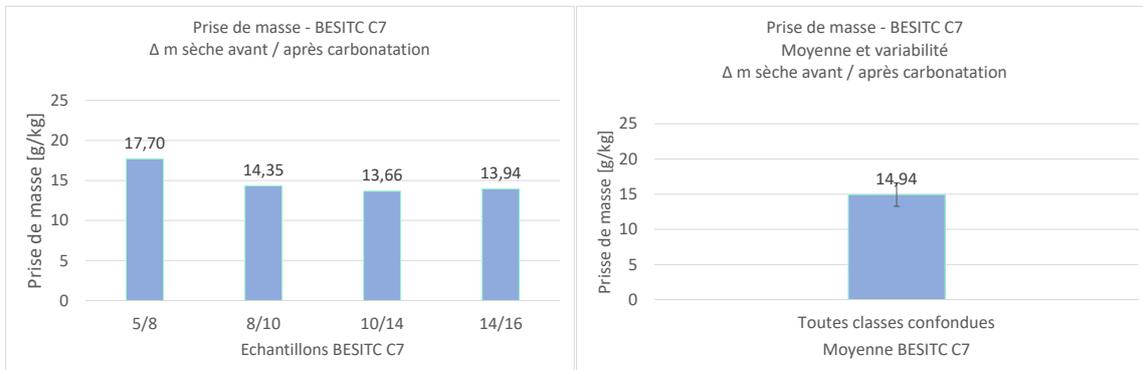


Figure 34 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C7 quantité enceinte BESITC

### 2.6.2.2.3 Carbonatation C10

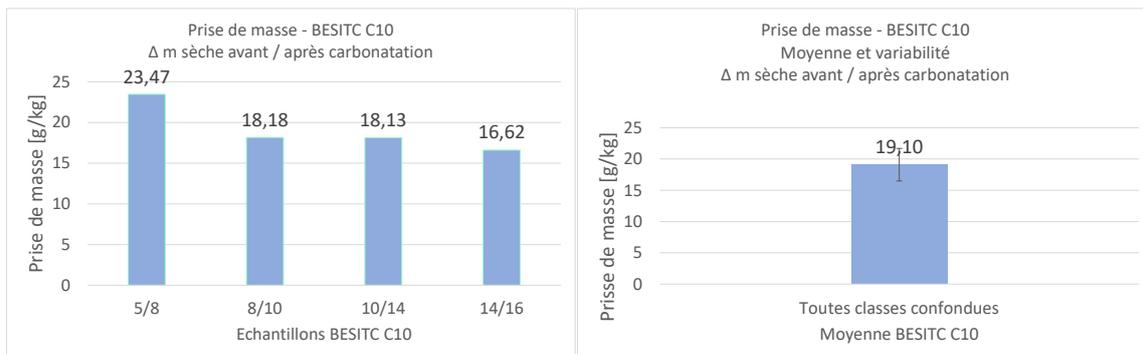


Figure 35 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C10 teneur en eau initiale BESITC

L'efficacité du traitement vis-à-vis de la prise de masse (calculée sur matériau avant et après traitement) est améliorée par la diminution de la quantité de matériau dans l'enceinte et par le traitement à 50°C, pour chaque classe individuellement et toute classe confondue.

## 2.6.2.2.4 Carbonatation C9

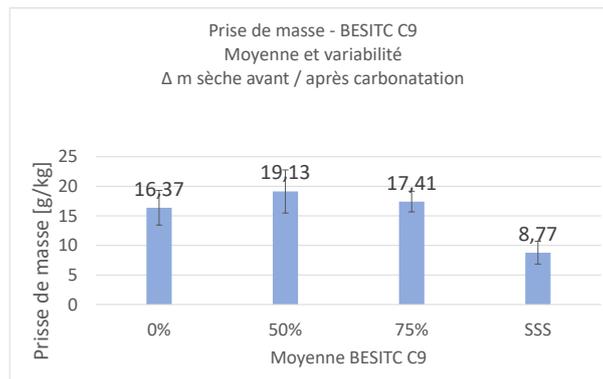
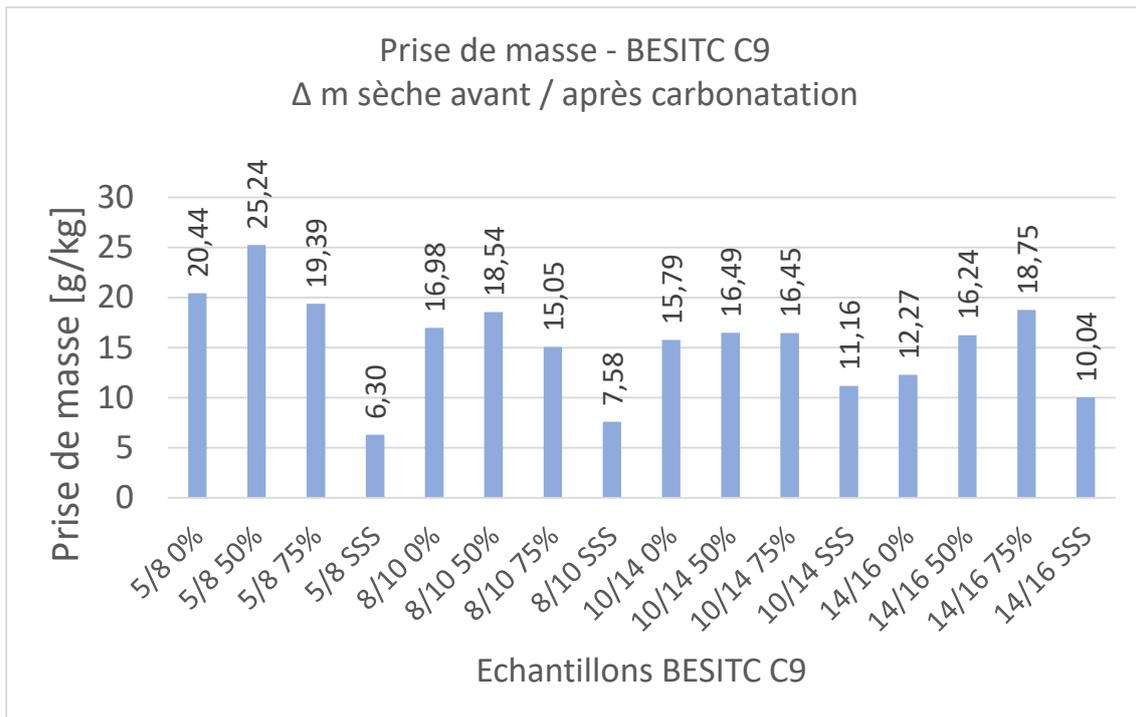


Figure 36 : Prise de masse et variabilité après carbonatation C9 différentes w ini BESITC

L'optimum d'efficacité vis-à-vis de la prise de masse est proche de 50% pour les 2 plus petites classes granulaires et se déplace vers des valeurs plus élevées pour les classes granulaires supérieures. On voit ici que les efficacités vis-à-vis de la prise de masse et de l'absorption ne sont donc pas corrélées.

### 2.6.2.3 Évolution de la teneur en eau au cours de l'essai de carbonatation

#### 2.6.2.3.1 Carbonatation C6

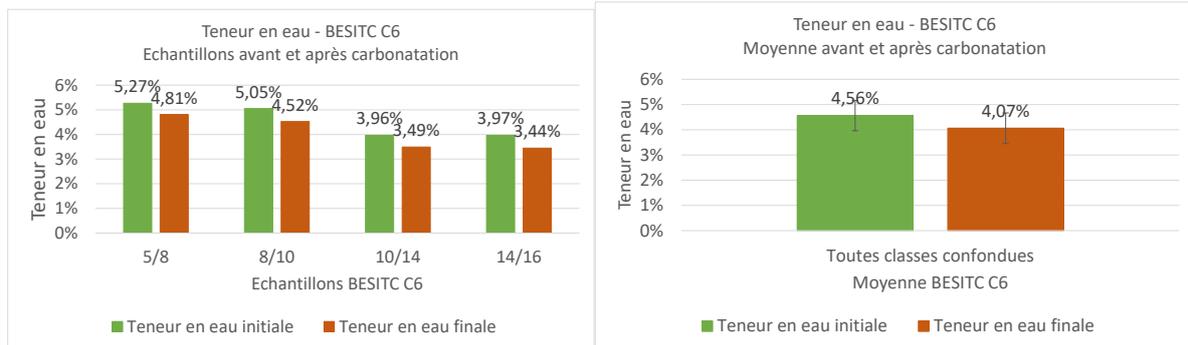


Figure 37 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C6 réf BESITC

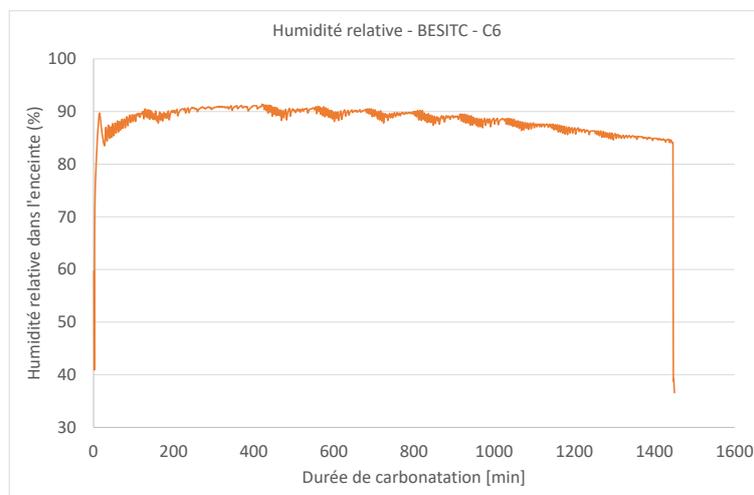


Figure 38 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BESITC C6 réf

Le matériau sèche au cours de la carbonatation et l'équilibre hydrique dans l'enceinte n'est pas maintenu.

#### 2.6.2.3.2 Carbonatation C7

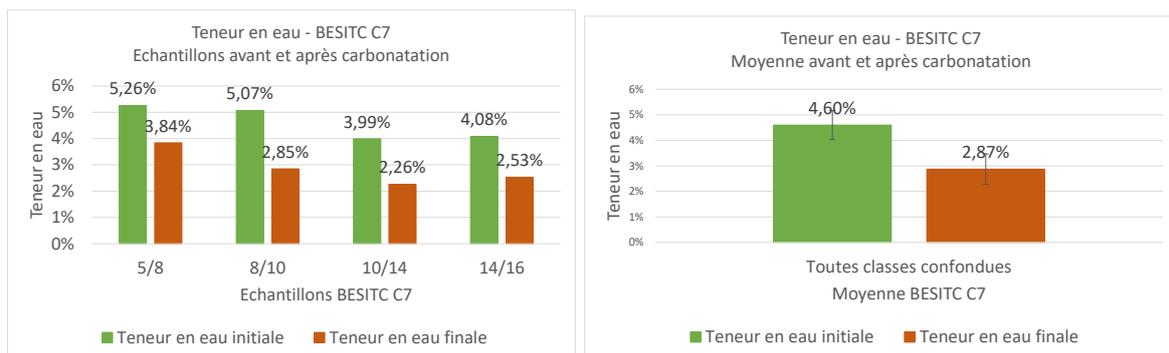


Figure 39 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C7 quantité enceinte BESITC

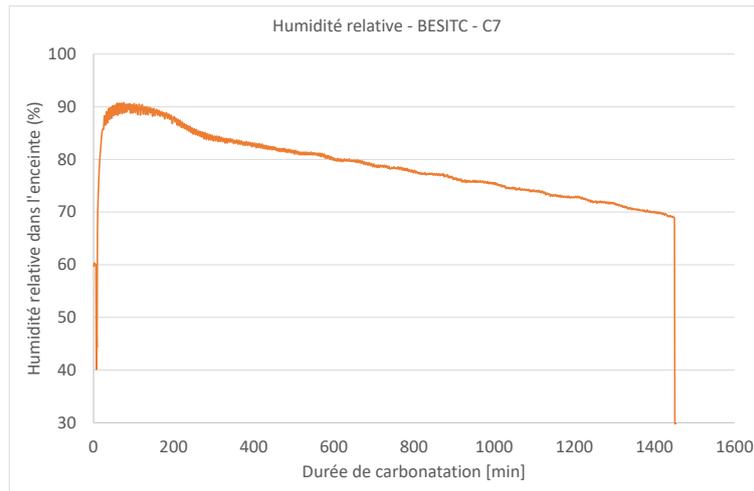


Figure 40 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BESITC C7

Le matériau sèche au cours de la carbonatation et ceci de façon plus marquée que la C6 et l'équilibre hydrique dans l'enceinte n'est pas assuré dans les premières heures mais on tend vers un équilibre au fur et à mesure du traitement (du fait d'une quantité de matériau humide moins importante dans l'enceinte).

### 2.6.2.3.3 Carbonatation C10

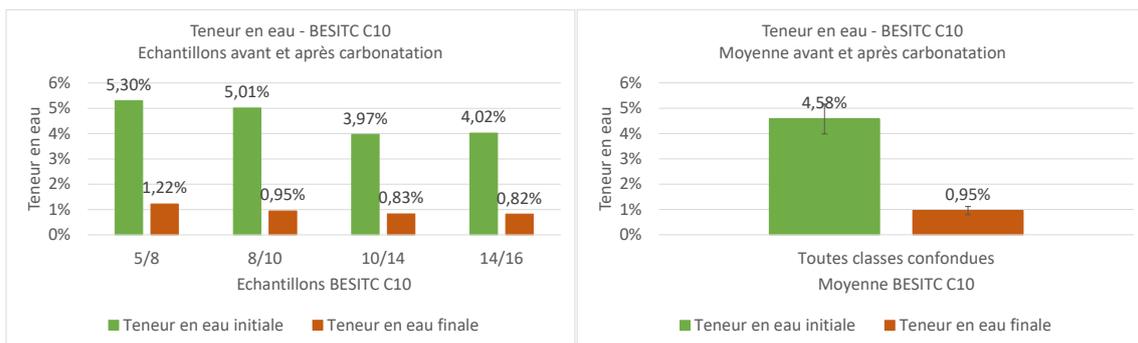


Figure 41 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C10 BESITC

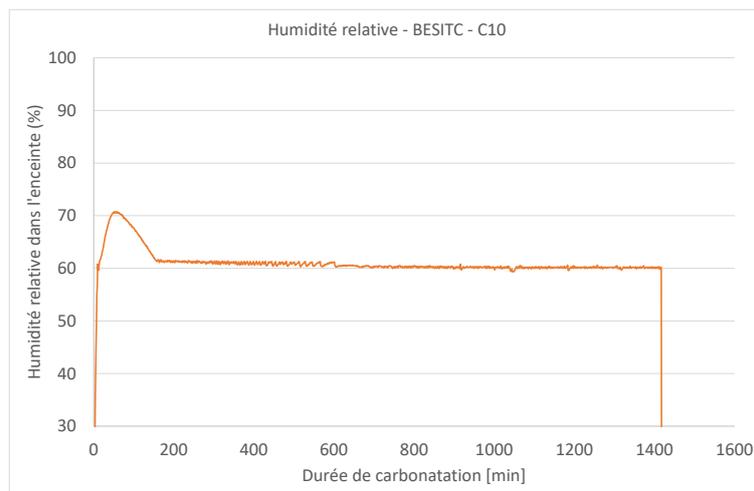


Figure 42 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BESITC C10

De façon évidente, un séchage plus important des matériaux est observé et l'équilibre hydrique est atteint très rapidement (après 3h de traitement).

### 2.6.2.3.4 Carbonatation C9

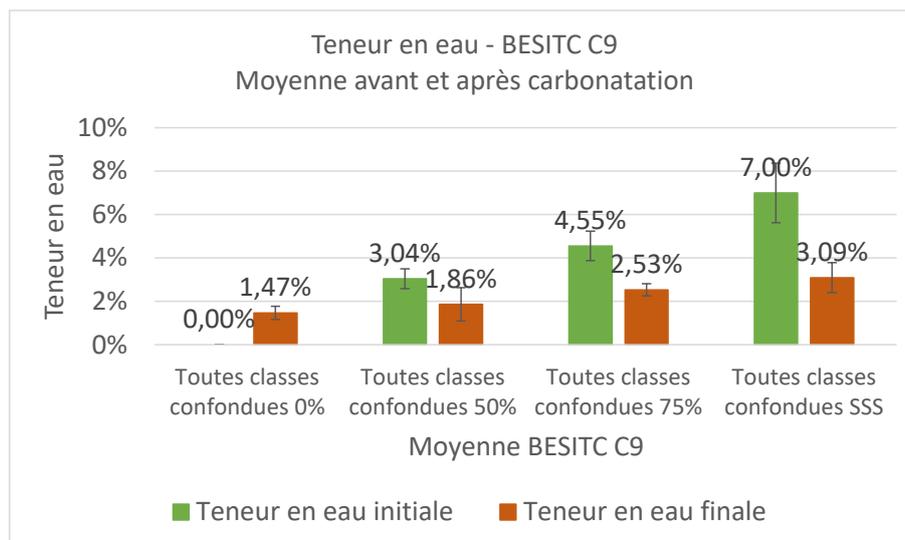
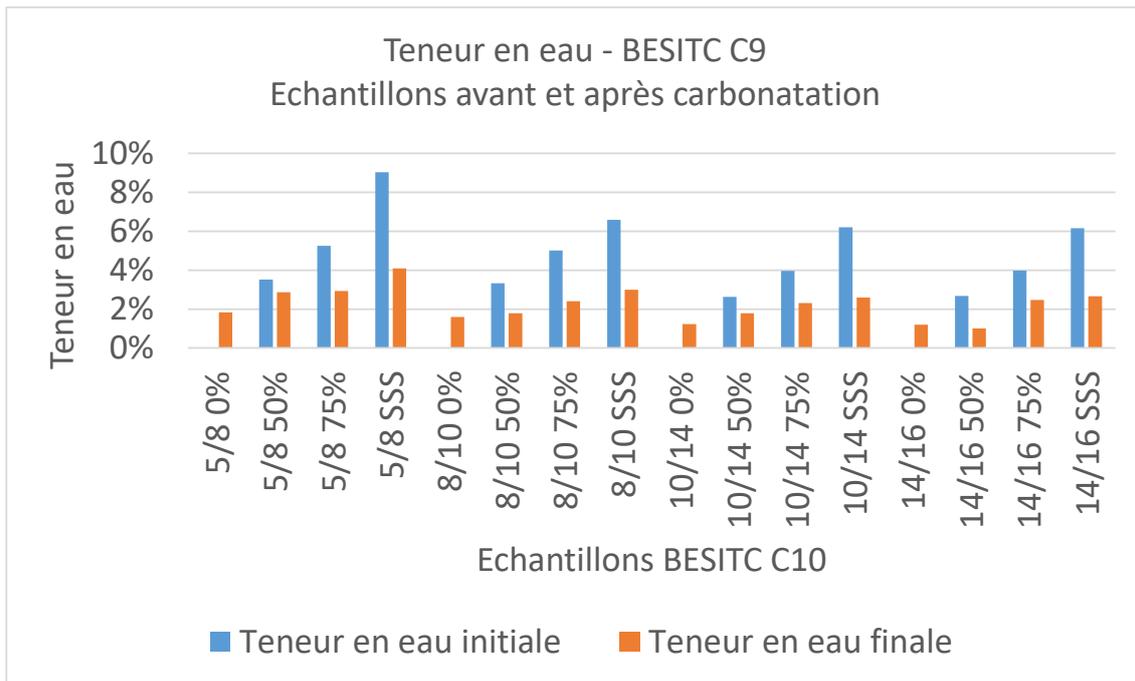


Figure 43 Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation C9 BESITC

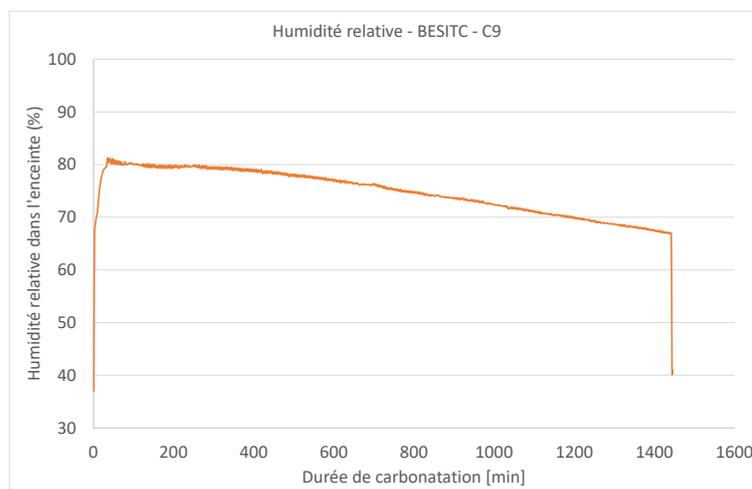


Figure 44 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BECITC C9

Les matériaux sèchent ou se ré humidifient (0% initial) de façon inversement proportionnelle à leur état initial. L'équilibre hydrique dans l'enceinte est atteint progressivement sur les 24 h de traitement. Les matériaux tendent à atteindre une teneur en eau identique quelle que soit leur classe granulaire ou teneur en eau initiale, ce qui semble assez logique.

### 2.6.3 Campagne 3 : BT19

Se reporter en annexe pour la publication de ces résultats et une interprétation détaillée dans les actes du congrès Synercrete 2023.

#### 2.6.3.1 Évolution de l'absorption suite à l'essai de carbonatation

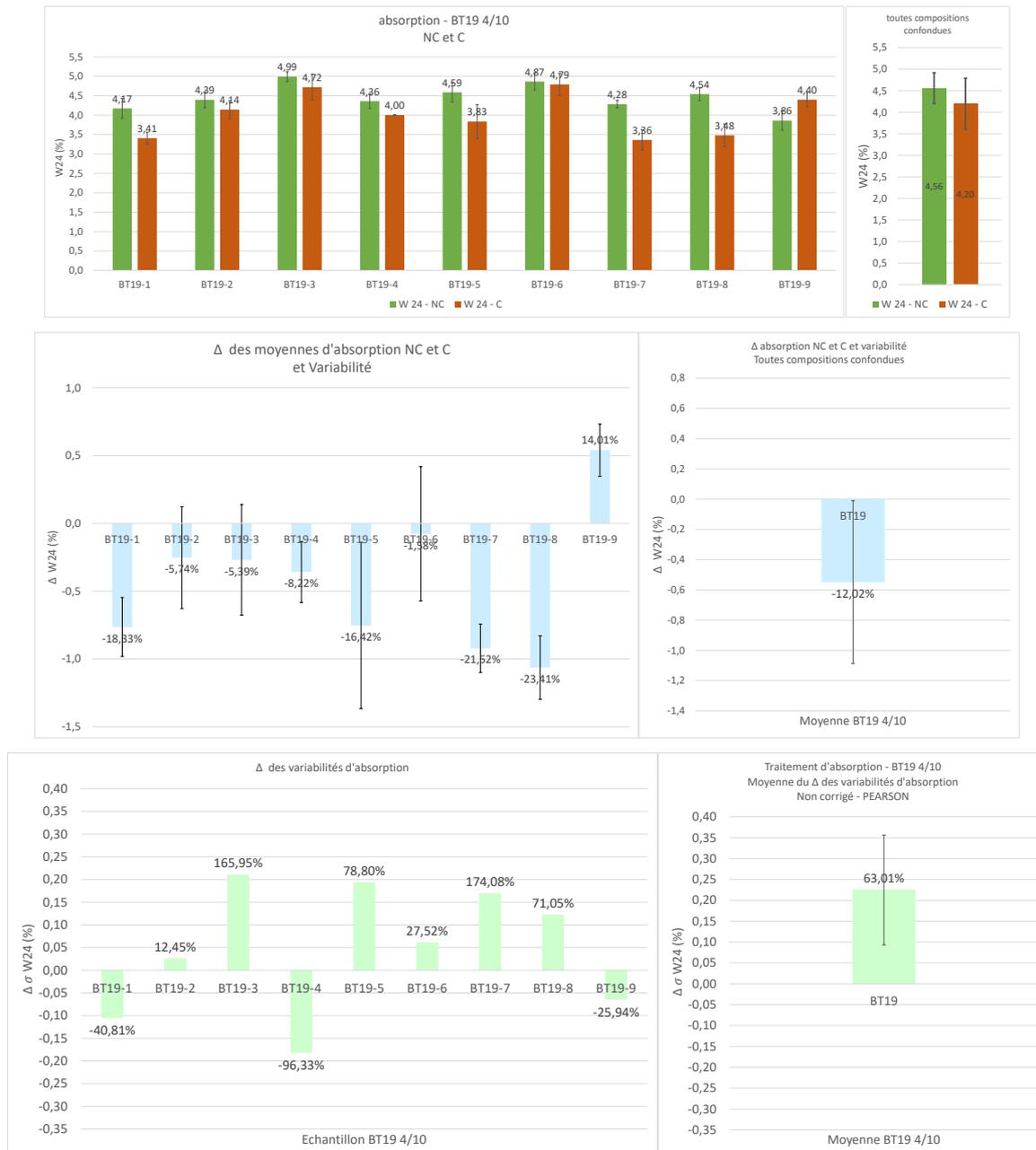


Figure 45 : Absorption et variabilité après carbonatation - BT19

Les résultats sur l'échantillon n°5 après carbonatation sont discutables (l'absorption semble sous-estimée au regard de l'ensemble des essais). De même les résultats sur l'échantillon n°9 amont sont discutables (valeur sous-estimée).

Concernant l'absorption sur échantillon non carbonatés, on constate qu'elle évolue à l'inverse de la teneur en clinker : 1 à 3 ; 4 à 6 ; 7 à 8.

L'influence de la teneur en pâte sur l'absorption des échantillons non carbonatés est plus nuancée. On peut supposer à ce niveau que des effets contradictoires expliquent ce résultat : quantité carbonatable, résistance de la pâte au cours du concassage (E/C) et accessibilité au réseaux poreux (type de ciment),...

Le traitement diminue l'absorption pour tous les échantillons sauf le n°9 (voir remarque précédente). Cette baisse est très peu marquée pour les échantillons à base de CEM 3 (3, 6 et 9). Et même une augmentation est observée pour l'échantillon n°9, mais la valeur non carbonatée est discutable. Les résultats ne mettent pas en avant une différence notable entre les échantillons formulés à base de CEM1 et de CEM2.

La baisse d'absorption (hormis l'échantillon 9 exclu de l'analyse à ce niveau), semble plus marquée pour les échantillons à base de granulats concassés. On peut supposer que lors du concassage plus de pâte/mortier résiduel est resté accroché au granulat et ainsi il possède plus de matériau carbonatable. C'est aussi ce qui peut expliquer les résultats précédents sur la « non influence » de la quantité de pâte du béton parent qui n'est pas directement corrélée à la baisse d'absorption. Il faudrait mesurer la quantité de pâte résiduelle sur le GRB après concassage.

Contrairement aux échantillons BESITC, en moyenne, la variabilité de l'absorption augmente après traitement. On peut supposer ici que la valeur initiale de la teneur en eau n'était pas optimale pour ces échantillons dont l'absorption initiale est plus basse (4,56 % pour les BT19 toute composition confondue contre 6,17% pour les BESITC toute classe confondue). Par ailleurs, on peut supposer que la texture de la porosité (à la surface du pore) conduise à des répartitions différentes de la calcite dans le pore et ainsi augmenter la variabilité de l'absorption après traitement (accessibilité au réseau poreux modifiée de façon différente). Ces hypothèses nécessiteraient d'être confirmées par des essais complémentaires non réalisés ici.

### 2.6.3.2 Prise de masse au cours de l'essai de carbonatation

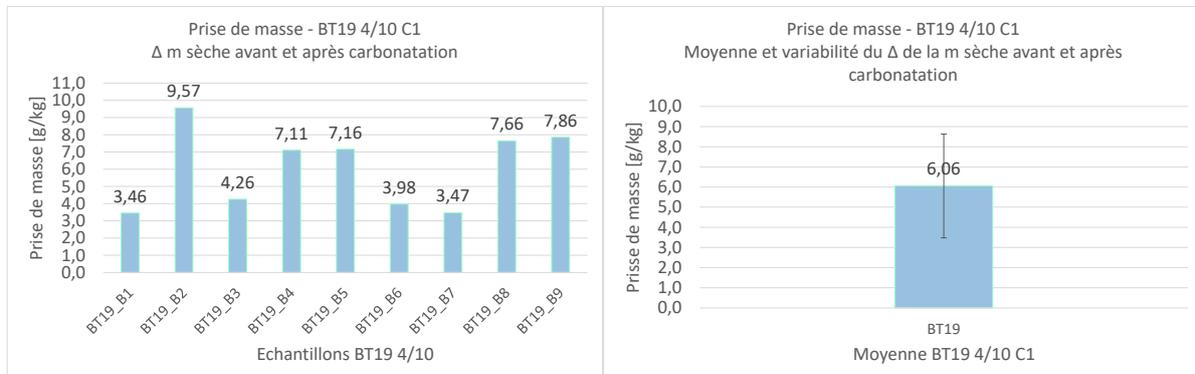


Figure 46 : Prise de masse et variabilité après carbonatation - BT19

Comme pour les essais sur BESITC, la prise de masse n'est pas corrélée à l'absorption. Aucune tendance n'est mise en évidence du fait des effets contradictoires combinés (quantité de pâte, potentiel carbonatable lié au type de ciment, accessibilité du réseau poreux,...). Il est difficile à ce niveau de décorrélérer ces effets, des analyses complémentaires seraient nécessaires, notamment la quantité de pâte/mortier résiduelle sur le prélèvement.

### 2.6.3.3 Évolution de la teneur en eau au cours de l'essai de carbonatation

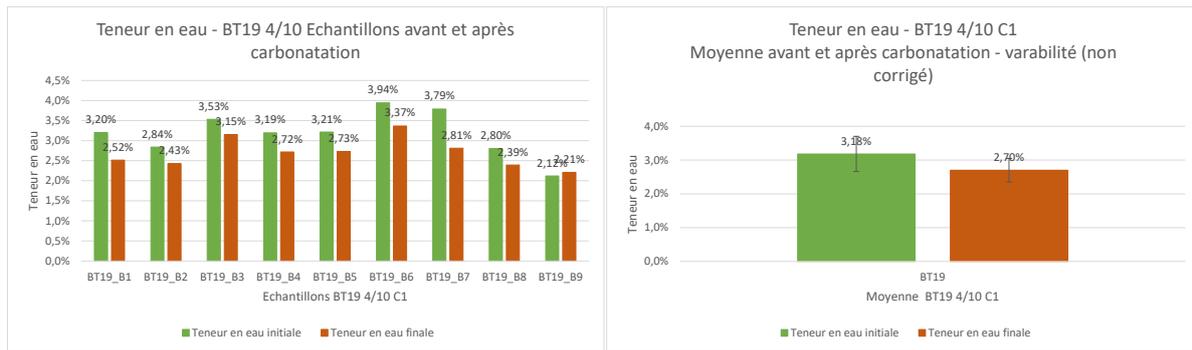


Figure 47 : Evolution et variabilité de la teneur en eau après carbonatation - BT19

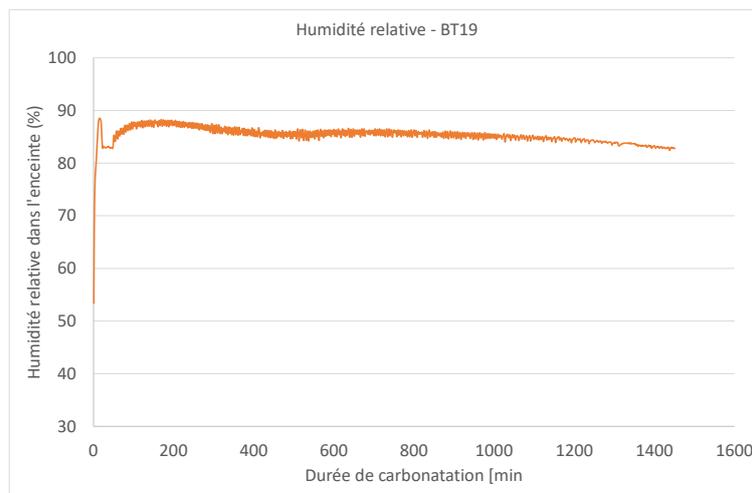


Figure 48 : Suivi de l'humidité relative dans l'enceinte de carbonatation - BECITC BT19

L'ensemble des échantillons sèchent au cours de la carbonatation et l'équilibre hydrique n'est pas atteint (60% de consigne initiale) en raison de la quantité de matériau traité simultanément dans l'enceinte (11 kg) comme pour la première carbonatation des BESITC C6.

### 2.6.3.4 Évolution de la teneur en $\text{CaCO}_3/\text{CO}_2$ au cours de l'essai de carbonatation

#### 2.6.3.4.1 Influence de la nature de ciment

Une analyse détaillée de l'évolution de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  et donc du  $\text{CO}_2$  capté en fonction de la nature du ciment est faite en comparant les résultats des BT19-1 à 3 (4/10 mm) non carbonatés et carbonatés.

#### Échantillons non carbonatés

##### Contrôle du pH après carbonatation des échantillons (voir Figure 49).

Avant concassage, le pH des échantillons a été contrôlé par un test à la phénolphthaléine sur bloc du béton âgé de 2 ans. On observe un front de carbonatation naturelle qui est fonction de la teneur en clinker de la pâte du GBR, plus la teneur en clinker est faible, plus le front est important : ce qui est normal, moins il y a de clinker plus la valeur de pH déclenchant le changement de couleur du test est atteinte rapidement.

Après concassage les granulats ont été conservés sous vide. Le test à la phénolphthaleine sur les granulats concassés a été reproduit juste avant carbonatation.

On observe une carbonatation en surface des grains. La conservation sous vide n'évite pas totalement la carbonatation en surface des grains.

Le test à la phénolphthaleine sur poudre juste après broyage et avant essai de calcimétrie a également été réalisé. On observe pour les poudres issues des GBR formulés à base de CEM

I et CEM II une quantité importante de matière non carbonatée naturellement, beaucoup moins de matière non carbonatée naturellement pour les GBR formulés à base de CEM III.

Ces observations sont cohérentes avec celles faites sur cube.



Figure 49 Contrôle pH sur échantillons non carbonatés BT19-1 (gauche) ; BT19-2 (milieu) ; BT19-3 (droite)

**Mesure de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  (%), rapportée en teneur en  $\text{CO}_2$  (g/kg)**

Tableau 16 Teneur en  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{CO}_2$  des BT19 -1 à 3 non carbonatés

Désignation	Type de Ciment	Dosage ciment	Type de Granulat	% Massique de $\text{CaCO}_3$	$\text{CO}_2$ g/kg	Écart-type $\text{CaCO}_3$	Ecart-type $\text{CO}_2$
BT19-1	CEM1	280 kg/m <sup>3</sup>	0/16 Roulé Silico-calcaire	18,21	80,06	0,856	3,763
BT19-2	CEM2			20,12	88,48	0,562	2,471
BT19-3	CEM3			15,18	66,73	0,414	1,821



Figure 50 Teneur en  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{CO}_2$  des BT19 -1 à 3 non carbonatés

## Échantillons carbonatés

### Contrôle du pH après carbonatation des échantillons (Figure 51)

Les mêmes contrôles ont été fait sur les échantillons carbonatés sur granulats et poudre avant mesure par calcimétrie. Le test à la phénolphtaléine sur poudre juste après broyage et avant essai de calcimétrie montre un léger potentiel de carbonatation résiduel (tout le GBR broyé n'a pas été carbonaté) pour les GBR à base de CEM I et CEMII, contrairement aux GBR à base de CEM III pour lesquels tout le GBR a été carbonaté à cœur.



Figure 51 Contrôle pH sur échantillons carbonatés BT19-1 (gauche) ; BT19-2 (milieu) ; BT19-3 (droite)

### Mesure de la teneur en $\text{CaCO}_3$ (%), rapportée en teneur en $\text{CO}_2$ (g/kg)

Tableau 17 Teneur en  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{CO}_2$  des BT19 -1 à 3 carbonatés

Désignation	Type de Ciment	Dosage ciment	Type de Granulat	% Massique de $\text{CaCO}_3$	$\text{CO}_2$ g/kg	Écart-type $\text{CaCO}_3$	Ecart-type $\text{CO}_2$
BT19-1	CEM1	280 kg/m <sup>3</sup>	0/16 Roulé Silico-calcaire	31,50	138,52	0,08	0,37
BT19-2	CEM2			24,04	105,69	0,47	2,06
BT19-3	CEM3			14,94	65,68	0,28	1,24



Figure 52 Teneur en  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{CO}_2$  des BT19 -1 à 3 carbonatés

## Évolution de la teneur en $\text{CaCO}_3$ et $\text{CO}_2$ capté (Tableau 18 et Figure 53)

La quantité de  $\text{CO}_2$  piégé est directement fonction de la teneur en clinker du béton ayant servi à la fabrication des GBR.

On observe des valeurs nulles voire négatives pour les GBR dont la pâte de ciment était à base de CEM III (il faut prendre en compte l'écart type). Les valeurs très légèrement négatives sur les CEM III obtenues par calcul des différences mesurées entre l'état carbonaté et non carbonaté peuvent être perturbées par un dégagement parasite de  $\text{H}_2\text{S}$  (odeur sentie), qui n'a pas été évité par ajout d'acétate de calcium dans ces essais. Les valeurs NC et C ont ainsi pu être surestimées de façon différente entre l'état non carbonaté et carbonaté (quantité de sulfures différente).

C'est pour cette raison que dans les travaux qui ont été menés par la suite dans le GT1.1, il a été préconisé d'ajouter de l'acétate de calcium lorsqu'un dégagement de  $\text{H}_2\text{S}$  lié aux sulfures est prévisible.

Les résultats observés s'expliquent par :

- les GBR à base de CEM II avaient un état initial légèrement plus carbonaté (carbonatation naturelle plus importante)
- moins il y a de clinker dans la formulation des bétons dont sont issus les GGR, moins il y a de potentiel de carbonatation (naturelle + accélérée)

Tableau 18 Évolution de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{CO}_2$  des BT19 -1 à 3

Nom de l'échantillon	% Masse de $\text{CaCO}_3$ NC	% Masse de $\text{CaCO}_3$ C	$\Delta$ % Masse $\text{CaCO}_3$	écart type	Masse de $\text{CO}_2$ Capté [g/kg]	écart type
BT19-1	18,21	31,50	13,30	0,94	58,46	4,14
BT19-2	20,12	24,04	3,91	1,03	17,21	4,53
BT19-3	15,18	14,94	-0,24	0,70	-1,05	3,06

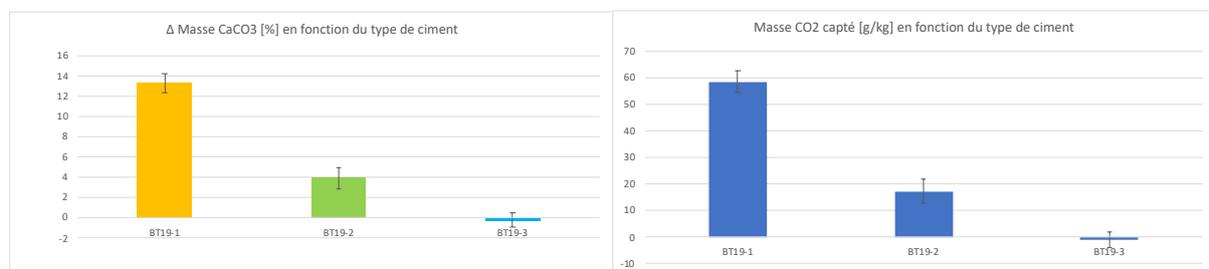


Figure 53 Évolution de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  ou  $\text{CO}_2$  des BT19 -1 à 3

On peut noter que le test à la phénolphaléine peut être utilisé :

- pour vérifier un état de carbonatation initial, et en déduire un potentiel de carbonatation résiduel (si tout est carbonaté selon le critère pH il n'y aura pas de potentiel de carbonatation).

- Il peut aussi servir à vérifier qu'un changement de pH a eu lieu ce qui indique qu'une carbonatation s'est produite
- il ne peut pas être utilisé pour une quantification de la carbonatation accélérée car il ne correspond que à un changement de pH.

Sans connaissance de la composition du ciment du béton démolé et donc de la teneur en hydrates carbonatés, Il est donc recommandé de procéder à ce test avant carbonatation pour voir s'il y a un potentiel de carbonatation résiduel sur les GBR avant même d'optimiser les paramètres du procédé.

#### 2.6.3.4.2 Évolution de la teneur en CaCO<sub>3</sub>/CO<sub>2</sub> pour l'ensemble des compositions

Tableau 19 Évolution de la teneur en CaCO<sub>3</sub> ou CO<sub>2</sub> des BT19

Nom de l'échantillon	Type de Ciment	Dosage ciment	Type de Granulat	% Masse de CaCO <sub>3</sub> AMONT	% Masse de CaCO <sub>3</sub> AVAL	Δ % Masse CaCO <sub>3</sub>	Masse de CO <sub>2</sub> Capté [g/kg]
BT19-1	CEM1	280 kg/m <sup>3</sup>	0/16 Roulé Silico-calcaire	18,21	31,50	13,30	58,46
BT19-2	CEM2			20,12	24,04	3,91	17,21
BT19-3	CEM3			15,18	14,94	-0,24	-1,05
BT19-4	CEM1	350 kg/m <sup>3</sup>		13,69	15,57	1,88	8,28
BT19-5	CEM2			16,58	23,91	7,32	32,20
BT19-6	CEM3			19,50	17,58	-1,92	-8,44
BT19-7	CEM1	350 kg/m <sup>3</sup>	0/20 Concassé Calcaire	49,53	62,21	12,69	55,78
BT19-8	CEM2			45,56	56,10	10,54	46,35
BT19-9	CEM3			56,68	47,22	-9,46	-41,60

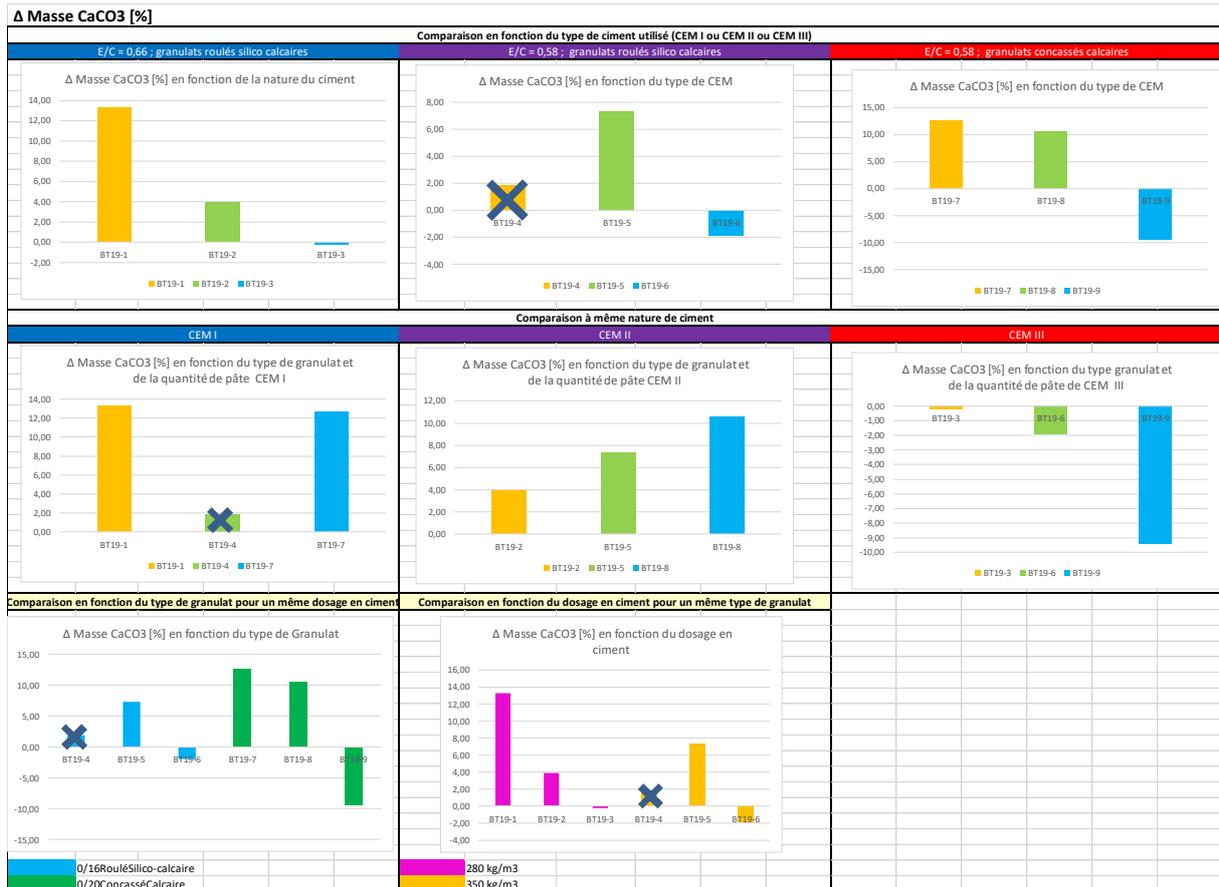


Figure 54 Évolution de la teneur en CaCO<sub>3</sub> des BT19

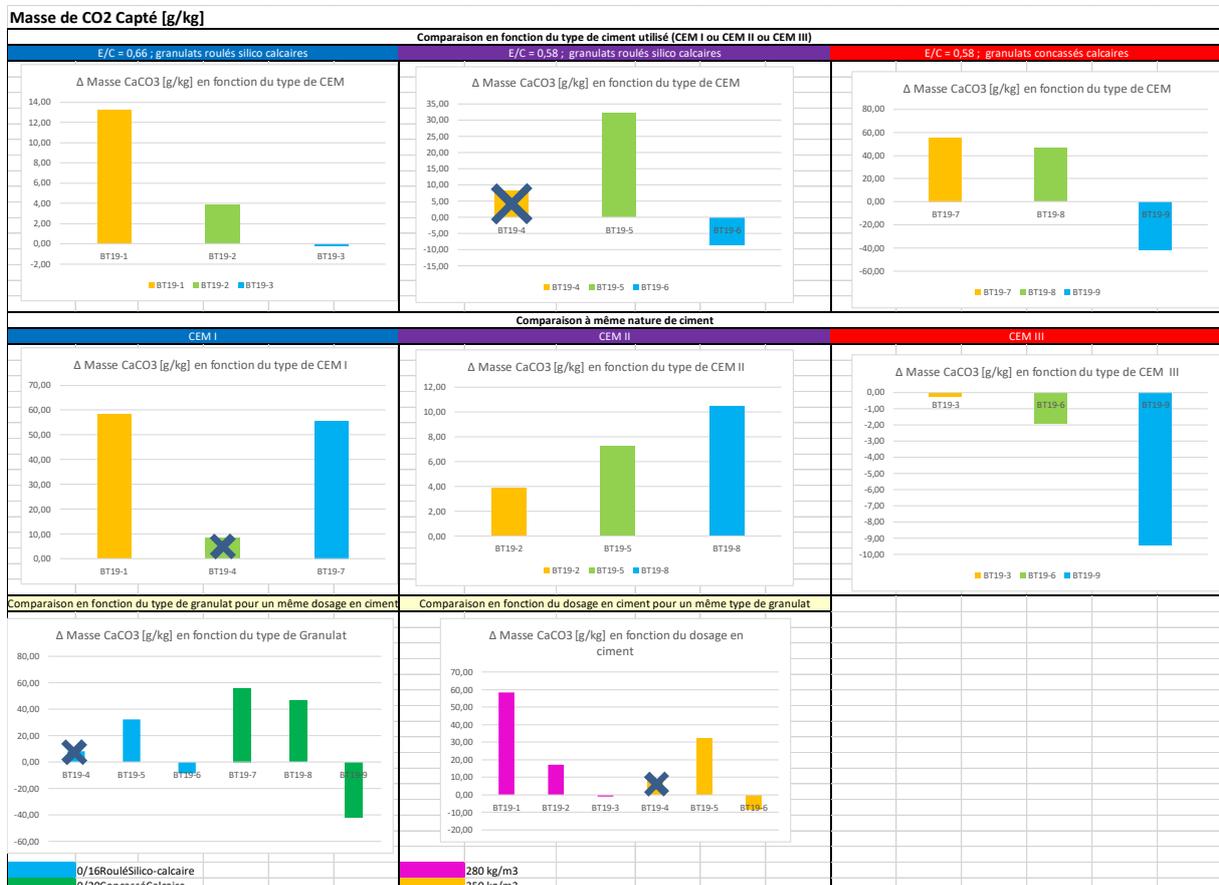


Figure 55 Évolution de la teneur en CO<sub>2</sub> des BT19

**Remarque préliminaire :**

L'échantillon BT19-4 ne sera pas pris en compte dans l'analyse qui suit en raison de résultats incohérents. Nous avons en effet observé également au niveau des résultats d'absorption des valeurs très dispersées qui nous ont conduit pour cet essai d'absorption à éliminer quelques valeurs de répétabilité (d'où la valeur de l'écart type très faible pour cet échantillon, voir Figure 45). L'échantillon analysé ici (prélèvement de quelques grains) n'est probablement pas représentatif en raison de ce problème de dispersion.

Une erreur de mise en œuvre a été constatée lors de la réalisation du BT19 – 8 : le dosage en eau n'a pas été celui prévu (un dosage en eau inférieur a été utilisé). Cela conduit à des résistances mécaniques (voir Figure 3) plus élevées qu'attendues, mais la quantité de ciment reste la même et cela ne semble pas impacté les résultats d'évolution de la teneur en  $\text{CaCO}_3$ .

***Analyse à même quantité de pâte et même nature de granulats, variation de la nature et de la classe du ciment***

Les résultats analysés précédemment pour les compositions BT19-1 à 3, se retrouvent pour les compositions BT19-5 à 6 et BT19-7 à 9.

Le phénomène de « diminution » de la teneur en  $\text{CaCO}_3$  pour les échantillons à base de CEM III est amplifié. Nous pouvons émettre les hypothèses suivantes pour expliquer ce résultat (hypothèses qui demanderaient à être confirmées par des essais complémentaires).

Les sulfures présents dans le béton parent (qui conduisent à un dégagement parasite de  $\text{H}_2\text{S}$  lors de la digestion d'acide) sont modifiés suite à la carbonatation, et ceci est d'autant plus visible que le dosage en ciment/quantité de pâte du béton parent ou la quantité de mortier accolé sont importants.

Il n'y a eu presque pas de carbonatation accélérée la carbonatation naturelle étant déjà importante pour ces bétons (cf photos sur blocs) et le potentiel étant réduit (CEMIII).

Il y a moins de pâte dans les bétons parents pour les BT19-1 à 3 que pour les autres, ce qui conduit à une valeur initiale moins élevée en  $\text{H}_2\text{S}$  dégagés (avant carbo).

Il y a plus de mortier accolé dans les GBR après concassage pour les BT19-7 à 9 que pour les autres en raison du granulats parent concassé (le mortier accolé adhère plus sur les GBR 4/10 et se retrouve en proportion plus importante pour ces séries) ce qui conduit à une valeur initiale plus élevée en  $\text{H}_2\text{S}$  dégagé (avant carbo).

Une erreur liée à l'origine calcaire des granulats parents n'est pas à exclure. L'échantillonnage conduit peut-être à un biais (sélection plus importante de granulats parents avant carbo qu'après). Il est cependant surprenant que ce biais lié à un échantillonnage soit systématique pour les 3 échantillons et surtout fonction de la composition des bétons 7, 8 et 9.

***Analyse à même nature et classe du ciment, effet de la quantité de pâte ou de l'origine des granulats***

Pour les échantillons dont le béton parent est à base de CEM II, on observe un effet de la quantité de ciment/pâte initiale ou de mortier accolé (selon l'hypothèse que sur les granulats concassés, il reste plus de mortier accolé).

Pour les échantillons dont le béton parent est à base de CEM I (hors BT19-4), la quantité de pâte ou de mortier accolé ne semble pas influencer le résultat. En supposant un échantillon représentatif, on peut émettre l'hypothèse que la carbonatation n'est pas complète pour ces GBR (donc identique au même temps de carbonatation) contrairement à ceux à base de CEM II.

Pour les échantillons dont le béton parent est à base de CEMIII, les résultats vont dans le sens de l'analyse proposée précédemment.

L'influence de la nature du granulats (concassé versus roulé) sur la quantité de mortier accolé donc de matière carbonatable semble se confirmer en supposant que le BT19-4 devrait avoir une valeur bien plus élevée de  $\text{CO}_2$  capté

## 3 Constitution d'une base de données de résultats d'essais sur la carbonatation de GBR

### 3.1 Objectifs de la BDD et informations contenues dans la BDD

La carbonatation des matériaux cimentaires est influencée par un grand nombre de paramètres intrinsèque au matériaux traités (composition, mise en œuvre, nature des granulats parents, porosité, etc.), liés à l'état instantané du GBR (teneur en eau, taux de carbonatation, granulométrie, etc.) et enfin liés aux conditions de carbonatation (température, teneur en CO<sub>2</sub>, humidité relative, durée, contenant, etc.).

L'analyse approfondie de l'influence de ces différents paramètres et leurs variabilités est d'autant plus pertinente que l'analyse comparative permet de croiser un nombre conséquent d'essais issus des phases expérimentales des partenaires du PN mais également de la littérature.

Il a ainsi été convenu de développer une base de données implémentée par chacun des partenaires Fastcarb et regroupant :

- les données recueillies suite aux études du GT1.1 sur les procédés de carbonatation
- les données recueillies par une étude bibliographique
- les données issues des campagnes d'essais menées par le laboratoire ICube sur des granulats bétons recyclés

A partir de ces données recueillies, la base d'information a été complétée puis traitée afin d'analyser les données expérimentales.

La base de données a été réalisée sous Excel© et à l'aide du langage de programmation *Visual Basic for Applications (VBA)*, le traitement proposé des données expérimentales est réalisé à l'aide d'un tableau croisé dynamique.

### 3.2 Élaboration de l'outil BDD

#### 3.2.1 Explication de la BDD

L'outil construit est constitué d'un ensemble de feuilles accessibles depuis une suite de formulaires et qui regroupent les données relatives :

- aux propriétés des granulats avant carbonatation incluant des informations sur le mode de concassage ainsi que le béton parent,
- au conditionnement du matériau,
- au descriptif du protocole intégrant les informations utiles pour réaliser des ACV
- aux paramètres du protocole de traitement,
- aux résultats de l'expérience de carbonatation,
- aux propriétés des granulats après carbonatation.

#### 3.2.2 Utilisation de la BDD

Une notice d'utilisation de cette base de données a été rédigée et est fournie en annexe de ce rapport.

### 3.3 Résultats issus de la BDD

À ce jour, la base de données est alimentée par les résultats des études de la littérature et des campagnes d'essais décrites dans ce rapport, des travaux de thèse de Marie Sereng et de quelques travaux de la thèse de Farah Kaddah.

### 3.4 Traitement des résultats issus de la BDD

Le traitement des résultats constitutifs de l'outil Base De Données est effectué à l'aide un Tableau Croisé Dynamique (TCD) de synthèse accessible depuis la page d'accueil (Figure 56).

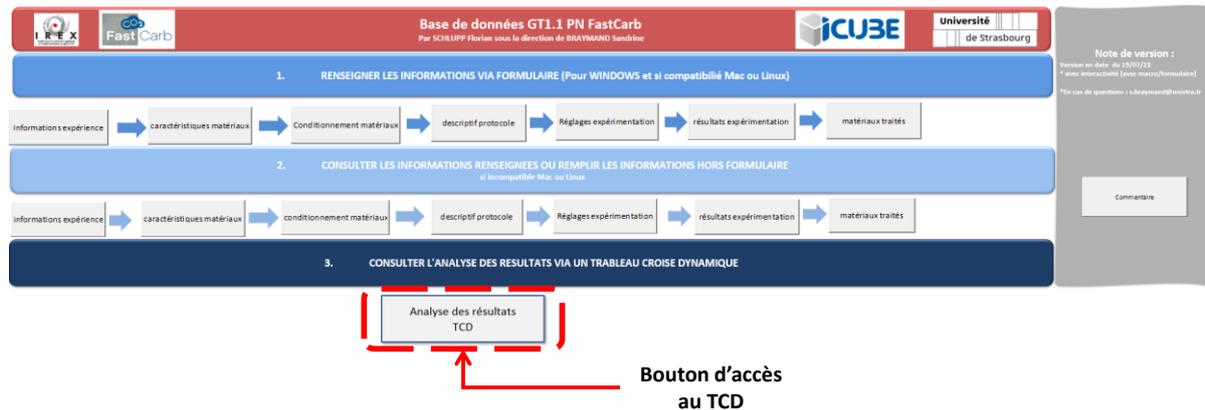


Figure 56 : Accès au TCD de traitement des données de la BDD

Ce TCD s'appuie sur une feuille Excel spécifique (cachée aux utilisateurs) regroupant l'ensemble des informations de la BDD. Le remplissage de cette feuille est effectué automatiquement à partir de fonctions RechercheV qui permettent de s'assurer que les informations recueillies sont respectivement associées aux bons essais à partir de la référence d'essai.

L'outil tient à ce jour les données de 159 expériences, il est possible d'ajouter 41 expériences, pour un total de 200 expériences traitable sans modification de l'outil. Ce paramètre pourra être modifié par la suite sur demande auprès d'ICube.

Les données ont été répertoriées selon leur feuille d'origine afin de faciliter leur analyse, notamment concernant l'influence de la carbonatation sur différentes propriétés du matériau comme l'absorption par exemple. Pour ce faire, un numéro a été attribué à chacune des différentes feuilles du classeur Excel. Les paramètres utilisables dans le TCD sont associés à la même numérotation. Une numérotation secondaire a également été ajoutée lorsque les formulaires sont divisés en plusieurs parties (cas des feuilles 6 à 8). La Figure 57, issue du fichier de traitement illustre ces identifiants.

1. Information expérience	6a. Descriptif protocole / Fonctionnement	7a. Réglages expérimentation / Gaz	8a. Résultats expérience / Estimation CO2 stocké	9. Matériaux traités
2. Caractéristiques matériaux	6b. Descriptif protocole / Maintenance	7b. Réglages expérimentation / Enceinte de carbonatation	8b. Résultats expérience / Méthode - efficacité du traitement	10. Résultats complémentaires
3. Béton parent		7c. Réglages expérimentation / Procédés dynamiques	8c. Résultats expérience / Consommations	
4. Concassage		7d. Réglages expérimentation / Autres	8d. Résultats expérience / Autres	
5. Conditionnement matériaux				

Figure 57 : TCD - identification de l'origine des paramètres d'entrée

L'ensemble des fonctionnalités des TCD sont utilisables pour le traitement de ces données (filtres, calcul, etc.). Cependant, la présence de données alphanumériques (référence d'essai, type de gaz, etc.) nécessite une certaine vigilance afin de ne les utiliser que pour un affichage des lignes, colonnes ou des filtres.

Il est à noter que lorsque l'analyse des données nécessite un calcul statistique, il peut apparaître le code erreur #Div0 ! lorsqu'aucune valeur correspondant aux filtres et paramètres choisis n'a été saisi précédemment dans le formulaire (Figure 58). Cet affichage ne perturbe pas les résultats présentés.

Par ailleurs, la base de données ayant été constituée de façon à ce que les données rentrées soient des moyennes d'essais avec leur écart type (et non les résultats de chaque répétition), l'affichage de la "Moyenne" renvoie à une seule donnée lorsque l'affichage "référence expérience" est sélectionné.

2. Classe granulaire		8/10		.T								
Étiquettes de lignes	Moyenne de 2. Coefficient	Max. de 2. SD Coefficient	Moyenne de 2. Répétitions Coefficient	Moyenne de 9. Coefficient	Max. de 9. SD Coefficient	Moyenne de 9. Répétitions Coefficient						
	Absorption	Absorption	Absorption	Absorption	Absorption	Absorption						
SB-BESITC19-8/10 C1	5,91	1,08	3	7,17	0,62	2						
SB-BESITC19-8/10 C10	6,75	0,39	4	4,95	0,29	3						
SB-BESITC19-8/10 C2 C3	5,91	1,08	3	5,95	0,53	4						
SB-BESITC19-8/10 C6	6,75	0,39	4	5,58	0,44	3						
SB-BESITC19-8/10 C7	6,75	0,39	4	5,48	0,14	3						
SB-BESITC19-8/10 C9-0%	6,75	0,39	4	5,83	0	1						
SB-BESITC19-8/10 C9-50%	6,75	0,39	4	5,58	0	1						
SB-BESITC19-8/10 C9-75%	6,75	0,39	4	4,89	0	1						
SB-BESITC19-8/10 C9-sss	6,75	0,39	4	5,74	0	1						
<b>Total général</b>	<b>6,563333333</b>	<b>1,08</b>	<b>3,777777778</b>	<b>5,685555556</b>	<b>0,62</b>	<b>2,111111111</b>						

Figure 58 : BDD/TCD - exemple de traitement de données - Classe granulaire 10/14 / absorption / détail expérience

Étiquettes de lignes	Moyenne de 2. Coefficient	Max. de 2. SD Coefficient	Moyenne de 2. Répétitions Coefficient	Moyenne de 9. Coefficient	Max. de 9. SD Coefficient	Moyenne de 9. Répétitions Coefficient						
	Absorption	Absorption	Absorption	Absorption	Absorption	Absorption						
#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!						
<2,36	16,44	0	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!						
<4,75	4,35	0	#DIV/0!	2,105454545	0	#DIV/0!						
0,16/2,5	8,38	0	#DIV/0!	6,255	0	#DIV/0!						
0/6	7,9	0,2	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!						
10/14	5,864444444	1,16	4,222222222	4,918888889	0,61	2,111111111						
10/20	6,796666667	0,1	3	6,65	0	#DIV/0!						
14/16	6,218888889	1,12	4	5,067777778	0,75	2,111111111						
14/20	6,58	0,6	#DIV/0!	5,25	0,42	#DIV/0!						
2,36/5	14,98	0	#DIV/0!	#DIV/0!	0	#DIV/0!						
4/10	4,452222222	0,31	3	4,014444444	0,54	3						
5/10	6,238947368	0,6	#DIV/0!	5,25	0,42	#DIV/0!						
5/20	6,08	0,6	#DIV/0!	4,745	0,42	#DIV/0!						
5/8	7,644444444	0,96	3,777777778	6,63	0,61	2,111111111						
8/10	6,563333333	1,08	3,777777778	5,685555556	0,62	2,111111111						
Autre : 1/4	5,213333333	0,9	3,666666667	3,345454545	0	#DIV/0!						
Autre : 12/20	3,92	0,3	8,6	3,52	0	#DIV/0!						
Autre : 4/16	6,6	0,6	3	6,5	0	#DIV/0!						
Billes 1.5 cm	8,07	0	0	6,3	0	0						
Billes 2 cm	7,42	0	0	6,49	0	0						
Billes 4 cm	9,01	0	0	7,281121952	0	0						
<b>Total général</b>	<b>6,445660377</b>	<b>1,16</b>	<b>3,821917808</b>	<b>4,668022439</b>	<b>0,75</b>	<b>2,102040816</b>						

Figure 59 : BDD/TCD - exemple de traitement de données – traitement global des données d'absorption par classe granulaire

L'outil complété et traité est transmis en pièce jointe à ce rapport accompagné de sa notice d'utilisation, il peut être complété et alimenté par de nouvelles données (41 à ce jour). Une base de données vierge est aussi jointe à ce rapport (sans l'onglet traitement des données).

## 4 Références (hors étude bibliographique)

- Afnor. (1996). *NF P94-048. Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la teneur en carbonate - Méthode du calcimètre.*
- Afnor. (2011). *NF EN 1097-1. Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 1 : détermination de la résistance à l'usure (micro-Deval).*
- Aiman Yacoub, T. F.-C. (2019). The effect of the drying temperature on water porosity and gas permeability of recycled sand mortar. 214. *Construction and Building Materials.*
- Baojian Zhan, C. S. (2014). Experimental study on CO<sub>2</sub> curing for enhancement of recycled aggregate properties. 67. *Construction and Building Materials.*
- Baroghel-Bouny, V. C. (2002). Caractéristiques microstructurales et propriétés relatives à la durabilité des bétons. *Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire.* Paris: Laboratoire central des ponts et chaussées IST.
- C, G. (2001). Effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury intrusion porosimetry: A comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying. 31(10). *Cement and Concrete Research.*
- Cazacliu, D. B. (2023). *Essais croisés : Carbonatation accélérée des granulats recyclés et Caractérisation des résultats de la carbonatation - Rapport de recherche PN FastCarb.*
- Deodonne. (2015). *Etude des propriétés physicochimiques des bétons de granulats recyclés et de leur impact environnemental (Thèse de doctorat en Génie Civil).* Strasbourg: Université de Strasbourg.
- Dianchao Wang, T. N. (2019). Increasing efficiency of carbon dioxide sequestration through high temperature carbonation of cement-based materials. 238. *Journal of Cleaner Production.*
- Ganghua Pan, M. Z. (2017). Effect of CO<sub>2</sub> curing on demolition recycled fine aggregates enhanced by calcium hydroxide pre-soaking. 154. *Construction and Building Materials.*
- Houria Mefteh, O. K. (2013). Influence of moisture conditioning of recycled aggregates on the properties of fresh and hardened concrete. 54. *Journal of Cleaner Production.*
- Kashef-Haghighi, Y. S. (2015). Mathematical modeling of CO<sub>2</sub> uptake by concrete during accelerated carbonation curing. 67. *Cement and Concrete Research.*
- Marta Castellote, L. F. (2009). Chemical changes and phase analysis of OPC pastes carbonated at different CO<sub>2</sub> concentrations. 42. *Materials and Structures.*
- MEFTAH Houria, A. N. (29-31 Mai 2011). Les granulats recyclés humidifiés : comportements des bétons frais et durcis. 29<sup>ème</sup> rencontre de l'AUGC Tlemcen.
- SERENG, M. (2020). Amélioration des propriétés des granulats recyclés par stockage de CO<sub>2</sub> - étude de la faisabilité préindustrielle. 240. Champs sur Marne: Université Gustave Eiffel - Paris Est.
- Solyman, M. (2005). Classification of recycled sands and their applications as fine aggregates for concrete and bituminous mixtures (Thèse de doctorat en Génie Civil). Kassel university, Allemagne.
- Tegguer, A. (2012). Determining the water absorption of recycled aggregates utilizing hydrostatic weighing approach. 27(1). *Construction and Building Materials.*

43. **Baroghel-Bouny, V., Chaussadent T., Croquette G., Divet L., Gawsewitch J., Godin Jean, Henry Dominique, Platret G., Vilain G.** Caractéristiques microstructurales et propriétés

relatives à la durabilité des bétons. *Méthodes de mesure et d'essai de laboratoire*. Paris : Laboratoire central des ponts et chaussées IST, 2002.

44. **C, Gallé**. Effect of drying on cement-based materials pore structure as identified by mercury intrusion porosimetry: A comparative study between oven-, vacuum-, and freeze-drying. s.l. : Cement and Concrete Research, 2001. Vol. 31, 10.

45. **Aiman Yacoub, Teddy Fen-Chong, Assia Djerbi**. The effect of the drying temperature on water porosity and gas permeability of recycled sand mortar. s.l. : Construction and Building Materials, 2019. Vol. 214.

31. **Ganghua Pan, Mimi Zhan, Minghua Fu, Yaping Wang, Xiaojun Lu**. Effect of CO<sub>2</sub> curing on demolition recycled fine aggregates enhanced by calcium hydroxide pre-soaking. s.l. : Construction and Building Materials, 2017. Vol. 154.

5. **Baojian Zhan, Chi Sun Poon, Qiong Liu, Shicong Kou, Caijun Shi**. Experimental study on CO<sub>2</sub> curing for enhancement of recycled aggregate properties. s.l. : Construction and Building Materials, 2014. Vol. 67.

39. **Marta Castellote, Lorenzo Fernandez, Carmen Andrade & Cruz Alonso**. Chemical changes and phase analysis of OPC pastes carbonated at different CO<sub>2</sub> concentrations. s.l. : Materials and Structures, 2009. Vol. 42.

40. **Kashef-Haghighi, Yixin Shao, Subhasis Ghoshal**. Mathematical modeling of CO<sub>2</sub> uptake by concrete during accelerated carbonation curing. s.l. : Cement and Concrete Research, 2015. Vol. 67.

25. **Baojian Zhan, Chi Sun Poon, Qiong Liu, Shicong Kou, Caijun Shi**. Experimental study on CO<sub>2</sub> curing for enhancement of recycled aggregate properties. s.l. : Construction and Building Materials, 2014. Vol. 67.

46. **Dianchao Wang, Takafumi Noguchi, Takahito Nozaki**. Increasing efficiency of carbon dioxide sequestration through high temperature carbonation of cement-based materials. s.l. : Journal of Cleaner Production, 2019. Vol. 238.

11. **Houria Mefteh, Oussama Kebaïli, Hocine Oucief, Layachi Berredjem, Nourredine Arabi**. Influence of moisture conditioning of recycled aggregates on the properties of fresh and hardened concrete. s.l. : Journal of Cleaner Production, 2013. Vol. 54.

12. **MEFTAH Houria, Arabi Nourredine**. Les granulats recyclés humidifiés : comportements des bétons frais et durcis. s.l. : 29<sup>ème</sup> rencontre de l'AUGC Tlemcen, 29-31 Mai 2011.

13. **Deodonne**. *Etude des propriétés physicochimiques des bétons de granulats recyclés et de leur impact environnemental (Thèse de doctorat en Génie Civil)*. Strasbourg : Université de Strasbourg, 2015.

14. **Tegger, A.Djerbi**. Determining the water absorption of recycled aggregates utilizing hydrostatic weighing approach. s.l. : Construction and Building Materials, 2012. Vol. 27, 1.

15. **Solyman, Mahmoud**. Classification of recycled sands and their applications as fine aggregates for concrete and bituminous mixtures (Thèse de doctorat en Génie Civil). s.l. : Kassel university, Allemagne, 2005.

21. **Afnor**. NF EN 1097-1. *Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 1 : détermination de la résistance à l'usure (micro-Deval)*. 2011.

## 5 Annexes

### Annexe 1 : Compositions et résultats des essais à 21 mois sur les BT19

BT19-B1-S1				
Type d'éprouvettes		Cylindrique 11x22	Prismes 7x7x28	
Date de fabrication		08/02/2019		
Date de décoffrage		27/02/2019		
Date essais		01/03/2019		
Âge [mois]		25		
Formulation	Composition massique pour 1 m <sup>3</sup> [kg]	Ciment	280	
		Eau	183,58	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	690,78	
		Gravillon 4/8	112,019	
		Gravier 8/16	1064,177	
	%Volume pâte de ciment		27,51	
	%Volume de ciment		9,15	
	Masse volumique théorique [kg/m <sup>3</sup> ]		2330,56	
	Etot/C		0,66	
Eabs				
Eeff				
Stockage et cure	Cure 1	Date	08/02/2019 au 27/02/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	27/02/2019 au 01/03/2019	27/02/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	01/03/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



BT19-B1-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	43,66	40,52	37,08	40,42	3,29

BT19-B2-S1				
Type d'éprouvettes		Cylindrique 11x22	Prismes 7x7x28	
Date de fabrication		30/01/2019		
Date de décoffrage		31/01/2019		
Date essais		08/03/2019		
Âge [mois]		26		
Formulation	Composition massique pour 1 m <sup>3</sup> [kg]	Ciment	280	
		Eau	183,58	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	690,78	
		Gravillon 4/8	112,02	
		Gravier 8/16	1064,18	
	%Volume pâte de ciment		27,42	
	%Volume de ciment		9,06	
	Masse volumique théorique [kg/m <sup>3</sup> ]		2330,56	
	Etot/C		0,66	
	Eabs			
Eeff				
Stockage et cure	Cure 1	Date	30/01/2019 au 31/01/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	31/01/2019 au 08/03/2019	31/01/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	08/03/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
		Quantité [kg]	±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



BT19-B2-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	29,25	28,66	31,43	29,78	1,46

BT19-B3-S1				
<b>Type d'éprouvettes</b>		<b>Cylindrique 11x22</b>	<b>Prismes 7x7x28</b>	
<b>Date de fabrication</b>		31/01/2019		
<b>Date de décoffrage</b>		05/02/2019		
<b>Date essais</b>		26/02/2019		
<b>Âge [mois]</b>		26		
<b>Formulation</b>	Composition massique pour 1 m3 [kg]	Ciment	280	
		Eau	184,00	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	688,00	
		Gravillon 4/8	112,00	
		Gravier 8/16	1060,00	
	%Volume pâte de ciment		27,79	
	%Volume de ciment		9,43	
	Masse volumique théorique [kg/m3]		2324,00	
	Etot/C		0,66	
Eabs				
Eeff				
<b>Stockage et cure</b>	Cure 1	Date	31/01/2019 au 05/02/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	05/02/2019 au 26/02/2019	05/02/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	26/02/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm		



BT19-B3-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	29,27	30,56	30,56	30,13	0,74

BT19-B4-S1				
Type d'éprouvettes		Cylindrique 11x22	Prismes 7x7x28	
Date de fabrication		08/02/2019		
Date de décoffrage				
Date essais		26/02/2019		
Âge [mois]		25		
Formulation	Composition massique pour 1 m <sup>3</sup> [kg]	Ciment	350	
		Eau	202,60	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	644,00	
		Gravillon 4/8	104,00	
		Gravier 8/16	992,00	
	%Volume pâte de ciment		32,16	
	%Volume de ciment		11,78	
	Masse volumique théorique [kg/m <sup>3</sup> ]		2292,60	
	Etot/C		0,58	
Eabs				
Eeff				
Stockage et cure	Cure 1	Date	08/02/2019 au __/__/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	__/__/2019 au 01/03/2019	__/__/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	26/02/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



BT19-B4-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	38,6	42,68	41,65	40,9767	2,12

BT19-B5-S1				
<b>Type d'éprouvettes</b>		<b>Cylindrique 11x22</b>	<b>Prismes 7x7x28</b>	
<b>Date de fabrication</b>		04/02/2019		
<b>Date de décoffrage</b>		06/02/2019		
<b>Date essais</b>		25/02/2019		
<b>Âge [mois]</b>		26		
<b>Formulation</b>	Composition massique pour 1 m3 [kg]	Ciment	350	
		Eau	202,60	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	649,00	
		Gravillon 4/8	105,00	
		Gravier 8/16	999,00	
	%Volume pâte de ciment		31,59	
	%Volume de ciment		11,33	
	Masse volumique théorique [kg/m3]		2305,60	
	Etot/C		0,58	
Eabs				
Eeff				
<b>Stockage et cure</b>	Cure 1	Date	04/02/2019 au 06/02/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	06/02/2019 au 25/02/2019	06/02/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	25/02/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



BT19-B5-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	36,68	32,88	33,8	34,4533	1,98

BT19-B6-S1				
Type d'éprouvettes		Cylindrique 11x22	Prismes 7x7x28	
Date de fabrication		05/02/2019		
Date de décoffrage		08/02/2019		
Date essais		27/02/2019		
Âge [mois]		26		
Formulation	Composition massique pour 1 m <sup>3</sup> [kg]	Ciment	350	
		Eau	204,00	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	646,00	
		Gravillon 4/8	105,00	
		Gravier 8/16	996,00	
	%Volume pâte de ciment		31,7	
	%Volume de ciment		11,44	
	Masse volumique théorique [kg/m <sup>3</sup> ]		2301,00	
	Etot/C		0,58	
Eabs				
Eeff				
Stockage et cure	Cure 1	Date	05/02/2019 au 08/02/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	08/02/2019 au 27/02/2019	08/02/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	27/02/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



BT19-B6-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	35,72	46,49	45,15	42,4533	5,87

BT19-B7-S1				
<b>Type d'éprouvettes</b>		<b>Cylindrique 11x22</b>	<b>Prismes 7x7x28</b>	
<b>Date de fabrication</b>		29/01/2019		
<b>Date de décoffrage</b>				
<b>Date essais</b>		26/02/2019		
<b>Âge [mois]</b>		26		
<b>Formulation</b>	Composition massique pour 1 m3 [kg]	Ciment	350	
		Eau	203,73	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	628,93	
		Gravillon 4/8	139,76	
		Gravier 8/16	978,34	
	%Volume pâte de ciment		31,81	
	%Volume de ciment		11,44	
	Masse volumique théorique [kg/m3]		2300,76	
	Etot/C		0,58	
Eabs				
Eeff				
<b>Stockage et cure</b>	Cure 1	Date	29/01/2019 au __/__/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	__/__/2019 au 26/02/2019	__/__/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	26/02/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



Remarque : la couleur plus pale du rose n'est pas due à une carbonatation mais à la fin du flacon de phénolphtaléine

BT19-B7-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	39,56	36,85	36,57	37,66	1,65

**Remarque :** La couleur rose est atténuée par un changement de produit plus dilué. Nous avons un rose plus pâle mais nous pouvons quand même observer le front de carbonatation.

BT19-B8-S1				
<b>Type d'éprouvettes</b>		<b>Cylindrique 11x22</b>	<b>Prismes 7x7x28</b>	
<b>Date de fabrication</b>		06/02/2019		
<b>Date de décoffrage</b>				
<b>Date essais</b>		06/03/2019		
<b>Âge [mois]</b>		26		
<b>Formulation</b>	Composition massique pour 1 m3 [kg]	Ciment	350	
		Eau	202,60	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	631,20	
		Gravillon 4/8	140,30	
		Gravier 8/16	981,80	
	%Volume pâte de ciment		31,59	
	%Volume de ciment		11,33	
	Masse volumique théorique [kg/m3]		2305,90	
	Etot/C		0,58	
	Eabs			
Eeff				
<b>Stockage et cure</b>	Cure 1	Date	06/02/2019 au __/__/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	__/__/2019 au 06/03/2019	__/__/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	06/03/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



**Remarque :** La couleur rose est atténuée par un changement de produit plus dilué. Nous avons un rose plus pâle mais nous pouvons quand même observer le front de carbonatation.

BT19-B8-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	47,35	54,03	53,03	51,47	3,60
<b>Remarque :</b>	Erreur de formulation, moins de pâte et moins d'eau						

BT19-B9-S1				
Type d'éprouvettes		Cylindrique 11x22	Prismes 7x7x28	
Date de fabrication		05/02/2019		
Date de décoffrage		07/02/2019		
Date essais		28/02/2019		
Âge [mois]		26		
Formulation	Composition massique pour 1 m3 [kg]	Ciment	350	
		Eau	202,60	
		Adjuvant	/	
		Sable 0/4	627,00	
		Gravillon 4/8	139,00	
		Gravier 8/16	975,00	
	%Volume pâte de ciment		32,05	
	%Volume de ciment		11,78	
	Masse volumique théorique [kg/m3]		2293,60	
	Etot/C		0,58	
Eabs				
Eeff				
Stockage et cure	Cure 1	Date	05/02/2019 au 07/02/2019	
		Mode	Entre la fabrication et le décoffrage : conservation dans le hall en intérieur dans les moules	
	Cure 2	Date	07/02/2019 au 28/02/2019	07/02/2019 au 04/2019
		Mode	Entre le décoffrage et les essais : salle de conservaton HR70% T20°C	Après le décoffrage : salle de conservaton HR70% T20°C
	Stokage 1	Date	28/02/2019	04/2019
		Mode	Après les essais : conservation dans le hall sous film protecteur + sac	Conservation dans le hall sous film protecteur + sac
	Stokage 2	Date	06/2019	
		Information	Conservation en extérieur sous film protecteur + sac	
	Quantité [kg]		±24	
	Etat (Entier, GR, ...)		3x 11*22cm + 3 x7*7*28 cm	



BT19-B9-S1						Moyenne	Ecart-type
Grandeur	Symbole	Unité	Eprouvette 1	Eprouvette 2	Eprouvette 3		
Résistance en compression	F	Mpa	32,01	37,73	33,13	34,29	3,03

## Annexe 2 : Mode opératoire de concassage des BT19

### **Premier concassage BT19 post réduction de la blocométrie**

Le concassage a été effectué le 7 juillet 2020 selon le protocole suivant :

1. Un premier tamisage par classe granulaire est réalisé à l'issue de la réduction de la blocométrie. Les éléments correspondant aux classes attendues sont prélevés. Puis le concassage à proprement parlé est réalisé comme suit :
2. Réglage de l'ouverture du concasseur à 15 mm : concassage primaire
3. Tamisage sur les classes : 0/4 mm ; 4/10 mm et 10/20 mm
4. Prélèvement des quantités souhaitées sur le 4/10 et 10/20.
5. Concassage secondaire sur le >20 et le 10/20 récupéré en excès pour obtenir les quantités de 0/4 souhaitées, ce concassage secondaire a été fait en 3 étapes
  - 1 passage à une ouverture >2,5
  - 1 passage à une ouverture 2,5
  - 1 passage à une ouverture <2,5

Ce protocole conduit à ce que tout passe au tamis de 4mm sans qu'il n'y ait production de fines en excès.

### **Deuxième concassage BT19 post réduction de la blocométrie**

Le concassage a été effectué le 13 octobre 2021.

Les quantités demandées pour chaque classe granulaire étant différentes, le concassage a été réalisé avec quelques modifications par rapport au premier concassage de juillet mais toujours par étapes successives.

A chaque étape, les granulats sont pesés et prélevés par classe granulaire. Dès que la quantité souhaitée pour une classe est atteinte, l'excès de cette classe est re-concassé pour alimenter la classe inférieure.

Les étapes successives sont :

1. Un premier tamisage par classe granulaire est réalisé à l'issue de la réduction de la blocométrie. Les éléments correspondant aux classes attendues sont prélevés. Puis le concassage à proprement parlé est réalisé comme suit :
2. Concassage avec une ouverture de 17,5mm. Tamisage/prélèvement par classe.
3. Concassage avec une ouverture de 10 mm sur le 10/20 en excès. Tamisage/prélèvement par classe.
4. Concassage avec une ouverture de 5 mm sur les classes 10/20 et 4/10 en excès. Tamisage/prélèvement par classe.
5. Concassage avec une ouverture de 2.5 mm sur les classes 10/20 et 4/10 en excès. Tamisage/prélèvement par classe.
6. Concassage avec une ouverture de 1 mm sur la classe 4/10 en excès.

Remarque : les prélèvements effectués sur les 3 classes granulaires ont été mélangées aux restes des concassages de juillet dernier avant homogénéisation et préparation des lots

### **Troisième concassage BT19 post réduction de la blocométrie**

Le concassage a été effectué le 20 novembre 2020.

A chaque étape, les granulats sont pesés et prélevés par classe granulaire. Dès que la quantité souhaitée pour une classe est atteinte, l'excès de cette classe est re-concassé pour alimenter la classe inférieure. La priorité pour ces GBR était d'obtenir une classe 4/10 mm.

Les étapes successives sont :

1. Un premier tamisage par classe granulaire est réalisé à l'issue des essais mécaniques. Les éléments correspondant aux classes attendues sont prélevés. Puis le concassage à proprement parlé est réalisé comme suit :
2. Concassage avec une ouverture de 17,5mm. Tamisage/prélèvement par classe.
3. Concassage avec une ouverture de 17,5mm sur le >20mm en excès. Tamisage/prélèvement par classe.
4. Concassage avec une ouverture de 10mm sur le 10/20 en excès. Tamisage/prélèvement par classe.
5. Concassage avec une ouverture de 7,5mm sur les classes 10/20 en excès. Tamisage/prélèvement par classe.

## Annexe 3 : Précisions sur les méthodes de caractérisation des GBR et GBRCa de calcul de l'absorption

### **Absorption**

Après le séchage initial à l'étuve, une première pesée sèche est réalisée avant immersion dans l'eau pendant 48h. La pesée hydrostatique est réalisée après la phase d'immersion puis les granulats sont séchés en surface afin de réaliser la pesée saturée surface sèche.



Figure 60 Echantillonnage pour l'essai d'absorption et masse volumique

$$\rho_a = \rho_w \times \frac{M_4}{M_4 - (M_2 - M_3)}$$

Équation 1 Masse volumique absolue

$$\rho_{rd} = \rho_w \times \frac{M_4}{M_1 - (M_2 - M_3)}$$

Équation 2 Masse volumique réelle séchée à l'étuve

$$\rho_{ssd} = \rho_w \times \frac{M_1}{M_1 - (M_2 - M_3)}$$

Équation 3 Masse volumique réelle saturée surface sèche

$$W_{48} = \frac{100 \times (M_1 - M_4)}{M_4}$$

Équation 4 Coefficient d'absorption d'eau après une immersion de 48 h

$\rho_w$  est la masse volumique de l'eau lorsque la mesure  $M_2$  est enregistrée, en mégagrammes par mètre cube

$M_1$  est la masse dans l'air des granulats saturés et superficiellement secs, en gramme

$M_2$  est la masse dans l'eau du panier contenant l'échantillon de granulats saturés, en gramme

$M_3$  est la masse dans l'eau du panier vide, en gramme

$M_4$  est la masse dans l'air de la prise d'essai séchée à l'étuve 60°C dans l'air, en gramme

### **Micro-Deval à sec**

Cet essai consiste à introduire une quantité définie de matériaux secs dans le cylindre de l'essai Micro Deval. Puis d'ajouter 4 kg de billes d'acier sans eau.

L'objectif est de reproduire le malaxage des GBR lors du malaxage en centrale à béton.

Le coefficient Micro Deval sec est obtenu selon la formule suivante :

$$M_{DS} = \frac{m_{ini} - m_{R1,6}}{m_{ini}} \times 100$$

### Équation 5 Coefficient Micro Deval

$m_{ini}$  est la masse initiale de matériau, en gramme

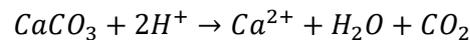
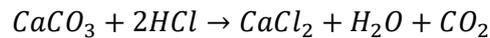
$m_{R1,6}$  est la masse du refus au tamis de 1,6mm, en gramme

La prise d'essai est de 500 g.

### Calcimétrie

La prise d'essai est introduite dans le ballon avec une dose d'acide chlorhydrique. Une fois le ballon fermé et la 1<sup>ère</sup> mesure effectuée, l'acide et la prise d'essai sont mis en contact.

La teneur en carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) est déterminée à l'aide d'un calcimètre de Bernard par réaction avec l'acide chlorhydrique :



### Équation 6 Réaction entre l'acide chlorhydrique et le Carbonate de calcium

Lors de la mise en contact entre l'acide chlorhydrique et le matériau, on mesure le dégagement gazeux, la température et la pression ambiantes ce qui permet grâce à l'équation des gaz parfaits de calculer le nombre de moles de  $\text{CaCO}_3$  formée.

$$PV = nRT$$

### Équation 7 loi des gaz parfaits

P → pression [Pa]

T → température [K]

V → volume occupé par le gaz [ $\text{m}^3$ ]

n → quantité de matière [mol]

La masse de  $\text{CaCO}_3$  formée est obtenue avec la formule suivante :

$$m_{\text{CaCO}_3} = n_{\text{CaCO}_3} \times M_{\text{CaCO}_3}$$

### Équation 8 Calcul de la masse de $\text{CaCO}_3$ formée

$M_{\text{CaCO}_3}$  → Masse molaire du  $\text{CaCO}_3$  égale à : 100,0865 g/mol

Le pourcentage de  $\text{CaCO}_3$  est obtenu avec la formule suivante :

$$\%m \text{ CaCO}_3 = \frac{m_{\text{CaCO}_3}}{m_{\text{échantillon}}}$$

### Équation 9 Calcul du pourcentage de $\text{CaCO}_3$

La quantité de  $\text{CO}_2$  captée est déduite de la quantité de carbonates.

## Annexe 4 : Notice d'utilisation de la base de données

# Base de données pour le traitement des résultats sur les procédés de carbonatation des GR & propriétés des GR

## Notice d'utilisation

### Auteur(s) / Organisme(s) :

Sandrine Braymand – Icube Université de Strasbourg

Florian Schlupp - Icube Université de Strasbourg

### Contributeur(s) / Organisme(s) :

Sébastien ROUX – IJL Université de Lorraine

### Thème de rattachement :

GT1.1 Procédé laboratoire

## Table des matières

<b>Sommaire</b> .....	<b>3</b>
<b>Résumé/Abstract</b> .....	<b>6</b>
<b>Liste des Figures</b> .....	<b>8</b>
<b>Liste des Tableaux</b> .....	<b>10</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>11</b>
<b>Remerciements</b> .....	<b>12</b>

<b>1 Étude bibliographique des procédés statiques et dynamiques de carbonatation accélérée de granulats recyclés .....</b>	<b>13</b>
1.1 Réalisation et utilisation de cette étude bibliographique .....	13
1.2 Contexte .....	13
1.2.1 Quantification du taux de captage du dioxyde de carbone .....	14
1.2.2 Méthodes d'analyse du processus de carbonatation .....	14
1.3 Aspects liés à la carbonatation de granulats statiques .....	15
1.3.1 Paramètres en amont du traitement de carbonatation .....	15
1.3.2 Paramètres du procédé de carbonatation .....	16
1.3.3 Paramètres en aval du traitement de carbonatation .....	18
1.3.4 Variabilité des paramètres propres aux granulats recyclés.....	19
1.4 Aspects liés à la carbonatation de granulats en mouvement (dynamique)..	20
1.4.1 Contexte.....	20
1.4.2 Evaluation de l'efficacité par comparaison avec la carbonatation statique .....	20
1.4.3 Influence du taux de remplissage du réacteur.....	21
1.4.4 Influence de la vitesse de rotation du réacteur.....	22
1.4.5 Influence de la teneur en eau du matériau carbonaté .....	23
1.4.6 Influence de la pression partielle du CO <sub>2</sub> .....	23
1.4.7 Influence de la pression totale dans le réacteur .....	23
1.4.8 Influence de la température dans le réacteur .....	24
1.5 Références de l'étude bibliographique .....	24
<b>2 Campagnes d'essais menées à ICube .....</b>	<b>26</b>
2.1 Objectifs des trois campagnes essais.....	26
2.2 Matériaux des études.....	26
2.2.1 Composition des Bétons parents.....	26
2.2.2 Préparation des matériaux : conservation des bétons, concassage et conservation des GBR	27
2.3 Protocole de carbonatation .....	30
2.3.1 Préparation des GBR.....	30
2.3.2 Paramètres de réglage du procédé de carbonatation .....	32
2.3.1 Quantités de matériaux carbonatés dans l'enceinte par campagne .....	33
2.4 Paramètres de l'étude de sensibilité sur le protocole de carbonatation .....	33
2.5 Méthodes d'essais de caractérisation des granulats et de suivi de la carbonatation .....	34
2.5.1 Caractérisation des GBR et GBRCa .....	34
2.5.2 Suivi de la carbonatation .....	37
2.6 Résultats expérimentaux et analyses.....	37
2.6.1 Campagne 1 : BESITC (C1 à C3) .....	37
2.6.2 Campagne 2 : BESITC études de sensibilité .....	52
2.6.3 Campagne 3 : BT19.....	63

<b>3 Constitution d'une base de données de résultats d'essais sur la carbonatation de GBR .....</b>	<b>72</b>
3.1 Objectifs de la BDD et informations contenues dans la BDD.....	72
3.2 Élaboration de l'outil BDD .....	72
3.2.1 Explication de la BDD .....	72
3.2.2 Utilisation de la BDD.....	72
3.3 Résultats issus de la BDD.....	73
3.4 Traitement des résultats issus de la BDD .....	73
<b>4 Références (hors étude bibliographique) .....</b>	<b>75</b>
<b>5 Annexes.....</b>	<b>77</b>
Annexe 1 : Compositions et résultats des essais à 21 mois sur les BT19.....	77
Annexe 2 : Mode opératoire de concassage des BT19.....	86
Annexe 3 : Précisions sur les méthodes de caractérisation des GBR et GBRCa de calcul de l'absorption .....	88
Annexe 4 : Notice d'utilisation de la base de données .....	90
1. Présentation générale.....	93
2. Renseignement via un formulaire type.....	94
<b>a. Renseigner une ligne dans un onglet type.....</b>	<b>94</b>
<b>b. Rappeler une ligne dans un onglet type .....</b>	<b>95</b>
<b>c. Modifier une ligne dans un onglet type.....</b>	<b>95</b>
3. Renseignements via les onglets des pages de calcul .....	96
4. Changer d'étape ou quitter le formulaire .....	96
5.5. Particularités dans certains onglets .....	96
6. Liste des formulaires .....	98
7. Traitement des données – Tableau Croisé Dynamique .....	103
8. Amélioration de l'outil : vos commentaires.....	106
Annexe 5 : Articles de congrès publiés sur les campagnes d'essais .....	107
RUGC 2022.....	107
SYNECRETE 2023.....	111

# 1. Présentation générale

## Page d'accueil

The screenshot shows the home page of the 'Base de données GT1.1 PN FastCarb'. It features three main sections:

- 1. RENSEIGNER LES INFORMATIONS VIA FORMULAIRE (Pour WINDOWS et si compatibilité Mac ou Linux)**: This section includes a flowchart with steps: Informations expérience → Caractéristiques matériaux → Conditionnement matériaux → descriptif protocole → Réglages expérimentation → résultats expérimentation → matériaux traités.
- 2. CONSULTER LES INFORMATIONS RENSEIGNÉES OU REMPLIR LES INFORMATIONS HORS FORMULAIRE**: This section includes a similar flowchart.
- 3. CONSULTER L'ANALYSE DES RESULTATS VIA UN TABLEAU CROISE DYNAMIQUE**: This section includes a box for 'Analyse des résultats TCD'.

Callouts provide additional information:

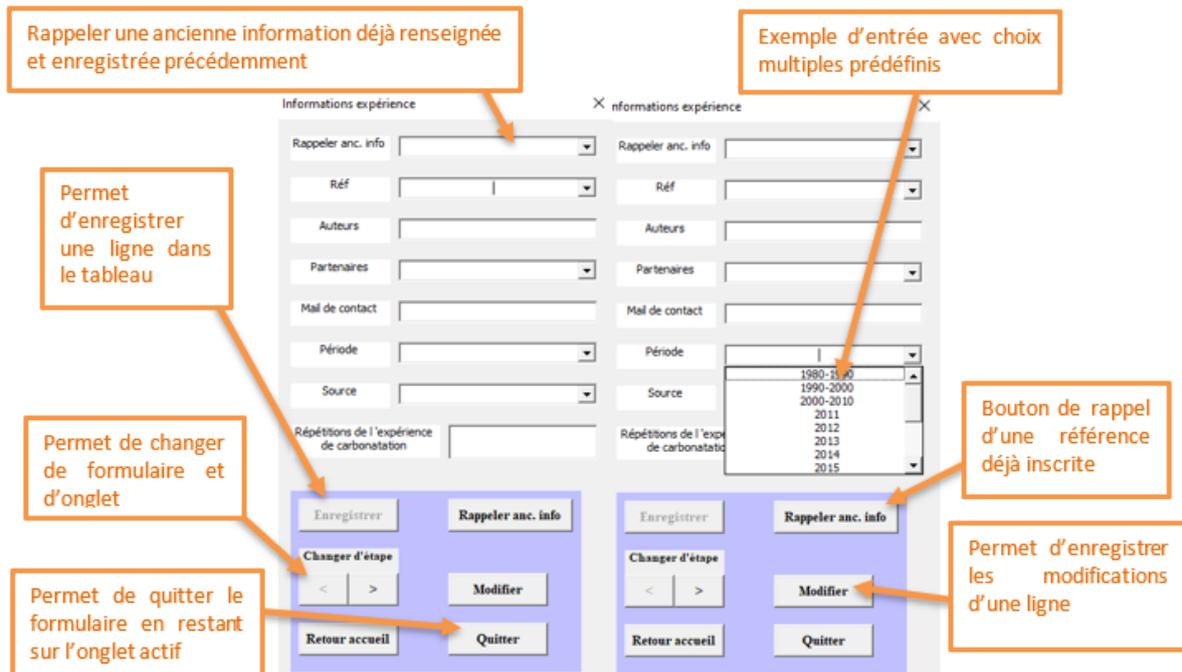
- 'Permet de remplir les tableaux à l'aide de formulaire en utilisant les boutons en dessous' points to the first section.
- 'Note de la version actuelle' points to a 'Note de version' sidebar on the right.
- 'Permet l'ajout de commentaire sur le document' points to a 'Commentaire' button in the sidebar.
- 'Permet d'accéder au TCD de traitement des données' points to the 'Analyse des résultats TCD' box.
- 'Permet de consulter les tableaux ou de remplir les tableaux sans utiliser de formulaire en utilisant les boutons en dessous' points to the second section.

## Onglet type

The screenshot shows a tab titled 'Informations expérience'. It contains a table with the following columns: Réf, Auteur, Partenaire, Mail de contact, Période, Origine, and Répétitions de l'expérience de carbonatation. The table lists various entries, including 'Entrées prédéfinies' for the years 1980-1990, 1990-2000, 2000-2010, 2011, 2012, 2013, 2014, 2015, 2016, 2017, and 2018. Callouts highlight:

- 'Bouton pour retourner à l'accueil' points to a home icon.
- 'Bouton pour ajouter un/des commentaires' points to a comment icon.
- 'Tableau' points to the data table.
- 'Entrées prédéfinies utiles pour l'utilisation sans formulaire (A recopier)' points to the 'Entrées prédéfinies' rows in the table.

## Formulaire type



## 2. Renseignements via un formulaire type

### a. Renseigner une ligne dans un onglet type

**Nota :** le nom de la référence doit être de la forme : initiales\_nom de la référence

Exemple : SB\_Référence-1 Pour Sandrine Braymand

The screenshot shows the form filled with the following data:

Rappeler anc. info	
Réf	Exemple
Auteurs	Florian
Partenaires	ICube
Mail de contact	Florian.schlupp5@etu.univ-lorraine
Période	2020
Source	FastCarb
Répétitions de l'expérience de carbonatation	1

Callout 1 points to the 'Enregistrer' button in the purple action bar. Callout 2 points to the 'Oui' button in the confirmation dialog box.

Une fois les différentes lignes du formulaire complétées, le bouton « enregistrer » (Cf. 1.) s'active dans la zone violette. Cliquer sur le bouton (Cf. 1.) et confirmer (Cf. 2.) l'ajout des données.

Les données sont ajoutées dans le tableau.

## b. Rappeler une ligne dans un onglet type

The screenshot shows a form titled 'Informations expérience'. At the top, there is a dropdown menu labeled 'Rappeler anc. info' with the value 'Exemple' selected. Below it are several other input fields: 'Réf', 'Auteurs', 'Partenaires', 'Mail de contact', 'Période', and 'Source'. At the bottom of the form, there is a section with buttons: 'Enregistrer', 'Rappeler anc. info', 'Changer d'étape' (with left and right arrows), 'Modifier', 'Retour accueil', and 'Quitter'. Two orange boxes with the number '1.' are placed over the 'Rappeler anc. info' dropdown and the 'Rappeler anc. info' button respectively.

Afin de pouvoir rappeler dans le formulaire une ligne précédemment renseignée (implémentée dans le tableau), il est nécessaire de remplir la rubrique « Rappeler anc. info » (Cf. 1.) avec le nom de la référence puis de cliquer sur le bouton du même nom dans la zone violette (Cf. 2.).

➔ **Astuce :** Rappeler une référence permet de récupérer des informations pré-remplie d'un autre essai et en changeant le nom de la référence de gagner du temps lorsque deux fiches de renseignements ont des contenus proches.

## c. Modifier une ligne dans un onglet type

A l'aide de la fonction de rappeler ancienne info (Cf. 1.) puis (Cf. 2.), il est possible de modifier les lignes si les valeurs renseignées précédemment doivent être modifiées/corrigées.

The screenshot shows the same 'Informations expérience' form as in the previous image. The 'Rappeler anc. info' dropdown menu is now filled with the value 'Exemple'. The 'Réf' dropdown menu is also filled with 'Exemple'. The 'Auteurs' field contains 'Florian', 'Partenaires' contains 'ICube', 'Mail de contact' contains 'Florian.schlupp5@etu.univ-lorraine.fr', 'Période' contains '2020', and 'Source' contains 'FastCarb'. The 'Répétitions de l'expérience de carbonatation' field contains '1'. The 'Rappeler anc. info' button is highlighted with a dashed border. Two orange boxes with the number '1.' are placed over the 'Rappeler anc. info' dropdown and the 'Rappeler anc. info' button respectively. Two orange boxes with the number '3.' are placed over the 'Modifier' button and the 'Quitter' button respectively.

Une fois les modifications effectuées, cliquer sur le bouton « modifier » (Cf. 3.)

Les données sont modifiées dans le tableau à la ligne correspondante.

### 3. Renseignements via les onglets des pages de calcul

Pour renseigner la base de données sans utiliser les formulaires, il faut utiliser les onglets en bas de page pour se déplacer entre les différents onglets et remplir manuellement les différents tableaux. Lorsqu'une entrée prédéfinie est disponible dans la colonne, il est demandé de l'utiliser afin de conserver les mêmes items pour le post-traitement. Il est possible d'ajouter une option si « Autre : ... » ou « .../... » sont disponibles. Les champs sont alors à compléter.

Il est important d'utiliser les entrées prédéfinies pour faire correspondre les mêmes informations et les mêmes appellations.

### 4. Changer d'étape ou quitter le formulaire

Pour évoluer entre les différents formulaires et les différentes pages, il existe 3 options :

- « Changer d'étape » qui permet de passer au formulaire/onglet précédent ou suivant :



- « Quitter » qui permet de quitter le formulaire en restant sur l'onglet actif.

Quitter

- « Retour accueil » qui permet de revenir à l'accueil.

Retour accueil

### 5. Particularités dans certains onglets

- **Informations expérience**

- La colonne répétitions fait référence au nombre de répétitions de l'expérience de carbonatation

- **Caractéristiques matériaux**

- Si le même matériau est utilisé pour plusieurs expériences de carbonatation il est recommandé d'utiliser la fonction rappeler ancienne info. Puis de modifier la référence en cours. Cela évite de recommencer inutilement le renseignement des essais de caractérisation du matériau.
- Il est indiqué qu'il faut remplir uniquement les données qui vous concernent. La liste des essais est exhaustive de façon à répondre aux multiples demandes des utilisateurs. Le formulaire n'exige pas une complétude à 100% du formulaire.
- Concernant les informations de « béton parent » et « procédé de concassage », une fois indiqué qu'ils sont connus vous serez invité à cliquer sur le bouton « ajouter » pour remplir le formulaire correspondant.

- Pour une donnée entrée, il est nécessaire de remplir les 4 informations suivantes : valeur de l'essai (valeur moyenne), écart type (standard deviation), méthode d'essai, nombre de répétition de l'expérience. Parfois la précision de l'unité peut être demandée.
- Comme pour l'exemple de la teneur en pâte :

Teneur en pâte (% m)	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>
Méthode Teneur en pâte	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>

- La méthode de calcul des écart type a été ajoutée suite aux demandes des partenaires.
- Il est important de préciser si les données ont déjà été renseignées et sont utilisées pour une autre expérience.
- Afin de quantifier le nombre de fois et la fréquence d'utilisation d'un même matériau, il est demandé de rentrer la date de dépôt du formulaire pour chaque utilisation d'un même matériau

Données déjà utilisées pour une autre expérimentation	<input type="text"/>
Date dépôt si nouvelle donnée	<input type="text"/>

## ● Conditionnement matériaux

- Il faut au moins remplir une des lignes « Degré de saturation », « Teneur en eau » ou « Humidité relative ». Les 3 grandeurs sont corrélées entre elles mais il a été demandé par les partenaires de prévoir la possibilité de rentrer l'une ou l'autre des valeurs.

## ● Descriptif protocole

- Si le même protocole est utilisé pour plusieurs expériences de carbonatation il est recommandé d'utiliser la fonction rappeler ancienne info. Puis de modifier la référence en cours. Cela évite de recommencer inutilement le renseignement du descriptif du protocole.
- Plusieurs informations à renseigner dans ce formulaire sont nécessaires pour la réalisation ultérieure des ACV.
- Le bouton « Protocole en maintenance » permet d'accéder au formulaire du même nom. Les informations à renseigner dans ce deuxième sont nécessaires pour la réalisation ultérieure des ACV.

Protocole en maintenance

- Un « Nom du protocole » est à indiquer afin de pouvoir effectuer par la suite un classement des protocoles lors du post traitement.

## ● Réglages expérimentation

- Si le même protocole est utilisé avec des réglages proches pour plusieurs expériences de carbonatation il est recommandé d'utiliser la fonction rappeler ancienne info. Puis de modifier la référence en cours. Cela évite de recommencer inutilement le renseignement du réglage de l'expérimentation.
- Il est indiqué qu'il faut remplir uniquement les données utilisées pour vos protocoles. La liste proposée est exhaustive afin de couvrir toutes les demandes des partenaires.
- Le « Nom du protocole » précédemment choisi est à indiquer afin de pouvoir effectuer par la suite un classement des protocoles lors du post traitement.

## ● Résultat expérience

- Pour une donnée entrée, il est nécessaire de remplir les 4 informations correspondantes. Comme pour l'exemple de la prise de masse :

Prise de masse	<input type="text"/>	Unité prise de masse	<input type="text"/>
Prise de masse mesurée en continu	<input type="text"/>		

## ● Matériaux traités

- Pas de spécificité autres que celles du formulaire caractéristiques matériaux

## 6. Liste des formulaires

- **Information expérience**

Informations expérience ×

Rappeler anc. info

Réf

Auteurs

Partenaires

Mail de contact

Période

Source

Répétitions de l'expérience de carbonatation

Enregistrer

Rappeler anc. info

Changer d'étape

< >

Modifier

Retour accueil

Quitter

- **Caractéristiques matériaux**

caractéristiques matériaux ×

Rappeler anc. info <input type="text"/>	Réf info expérience <input type="text"/>	Provenance GR <input type="text"/>
Classe granulaire <input type="text"/>	Méthode de calcul des écart type (SD) <input type="text"/>	Procédé de concassage <input type="text"/> Connu <input type="text"/> Inconnu <input type="text"/> <b>Ajouter</b>
Géométrie échantillon <input type="text"/>	Classification GR Selon NA.2 <input type="text"/>	Béton parent <input type="text"/> Connu <input type="text"/> Inconnu <input type="text"/> <b>Ajouter</b>
FM si sable <input type="text"/>	Standard Deviation <input type="text"/>	MDE (%m) <input type="text"/> Standard Deviation <input type="text"/>
Indications : Ne remplir que les cases qui vous concernent		Répétitions <input type="text"/>
Teneur en pâte (%m) <input type="text"/>	Standard Deviation <input type="text"/>	Méthode MDE <input type="text"/> Répétitions <input type="text"/>
Méthode Teneur en pâte <input type="text"/>	Répétitions <input type="text"/>	LA (%m) <input type="text"/> Standard Deviation <input type="text"/>
Teneur en hydrate (%) <input type="text"/>	Standard Deviation <input type="text"/>	Méthode LA <input type="text"/> Répétitions <input type="text"/>
Méthode Teneur en hydrate <input type="text"/>	Répétitions <input type="text"/>	Sulfates dans l'eau <input type="text"/> Standard Deviation <input type="text"/>
Teneur CaCO <sub>3</sub> (%) <input type="text"/>	Standard Deviation <input type="text"/>	Méthode Sulfates dans l'eau <input type="text"/> Répétitions <input type="text"/>
Méthode CaCO <sub>3</sub> <input type="text"/>	Répétitions <input type="text"/>	Chlorures dans l'eau <input type="text"/> Standard Deviation <input type="text"/>
Masse volumique réelle (Mg/m <sup>3</sup> ) <input type="text"/>	Standard Deviation <input type="text"/>	Méthode Chlorures dans l'eau <input type="text"/> Répétitions <input type="text"/>
	Répétitions <input type="text"/>	Rappeler anc. info <input type="text"/> Modifier <input type="text"/> Quitter <input type="text"/>
WA (%) <input type="text"/>	Standard Deviation <input type="text"/>	Changer d'étape
	Répétitions <input type="text"/>	Enregistrer <input type="text"/> < > Retour accueil <input type="text"/>
	Méthode MVR et WA <input type="text"/>	Données déjà utilisées pour une autre expérimentation <input type="text"/>
Porosité à l'eau (%) <input type="text"/>	Standard Deviation <input type="text"/>	Date dépôt si nouvelle donnée <input type="text"/>
Méthode Porosité à l'eau <input type="text"/>	Répétitions <input type="text"/>	

- **Procédé de concassage**

Concassage ×

Rappeler anc. info	<input type="text"/>
Réf info expérience	<input type="text"/>
Sous-traitance	<input type="text"/>
Pré-concassage	<input type="text"/>
Mobile / Non mobile	<input type="text"/>
Type de concasseur	<input type="text"/>
Granulométrie	<input type="text"/>
Autre	<input type="text"/>

- **Béton parent**

Béton parent ×

Rappeler anc. info	<input type="text"/>	Réf info expérience	<input type="text"/>
Age béton (mois)	<input type="text"/>	% volumique de ciment	<input type="text"/>
Age concassage (mois)	<input type="text"/>	% volumique pâte	<input type="text"/>
Age lors de la carbonatation (mois)	<input type="text"/>	% Potentiel carbonatable	<input type="text"/>
Type de Béton	<input type="text"/>	Type adjuvant 1	<input type="text"/>
Béton autonivelant	<input type="text"/>	Quantité adjuvant 1 (kg)	<input type="text"/>
Classe de résistance Si BPS	<input type="text"/>	Type adjuvant 2	<input type="text"/>
E/C	<input type="text"/>	Quantité adjuvant 2 (kg)	<input type="text"/>
Dosage en ciment (kg/m3)	<input type="text"/>	Nature des granulats	<input type="text"/>
Type de ciment	<input type="text"/>	Autre / remarque	<input type="text"/>
Masse volumique du ciment (kg/m3)	<input type="text"/>		

Indications :  
 Le % volumique de ciment : volume de ciment/m3  
 Le % volumique de pâte : volume de pâte/m3 (air négligé)

## • Conditionnement matériaux

conditionnement matériaux

×

Rappeler anc. info	<input type="text"/>	Enregistrer		Rappeler anc. info
Réf info expérience	<input type="text"/>	Changer d'étape		
Classe granulaire (mm)	<input type="text"/>	<input type="button" value="←"/>	<input type="button" value="→"/>	Modifier
géométrie	<input type="text"/>	Quitter		Retour accueil
Pré-tri impuretés	<input type="text"/>			

**Remplir au moins Degré de saturation ou Teneur en eau ou Humidité relative**

Degré de saturation	<input type="text"/>	Valeur Sr	<input type="text"/>	Précision Sr	<input type="text"/>
Teneur en eau	<input type="text" value="Connu"/>	Valeur w	<input type="text"/>	Précision w	<input type="text"/>
Humidité relative	<input type="text"/>	Valeur HR (%)	<input type="text"/>	Précision HR	<input type="text"/>
Température de préséchage	<input type="text"/>	Température de préséchage	<input type="text"/>	Précision température de préséchage	<input type="text"/>

Mise sous vide amont	<input type="text"/>		
Nature carbonatation initiale	<input type="text"/>		
Durée carbonatation initiale	<input type="text"/>	Unité durée carbonatation initiale	<input type="text"/>
Mesure carbonatation initiale	<input type="text"/>		

## • Descriptif protocole en fonctionnement

Descriptif protocole

×

<b>Protocole en fonctionnement</b>					
Rappeler anc. info	<input type="text"/>	Réf info expérience	<input type="text"/>	Nom Protocole	<input type="text"/>
Méthode	<input type="text"/>	Application	<input type="text"/>		
Si dynamique, sur	<input type="text"/>	Système de carbonatation	<input type="text"/>		
Masse traitable*	<input type="text"/>	*masse de matériau que ce protocole permet de traiter : donner une plage en g (min/max)			

Nature du gaz	<input type="text"/>				
Nature du Gaz 1	<input type="text"/>	Nature du Gaz 2	<input type="text"/>	Nature du Gaz 3	<input type="text"/>
Provenance du gaz n°1 société	<input type="text"/>	Provenance du gaz n°2 société	<input type="text"/>	Provenance du gaz n°3 société	<input type="text"/>
Provenance du gaz n°1 distance (km)	<input type="text"/>	Provenance du gaz n°2 distance (km)	<input type="text"/>	Provenance du gaz n°3 distance (km)	<input type="text"/>
Conditionnement du gaz n°1	<input type="text"/>	Conditionnement du gaz n°2	<input type="text"/>	Conditionnement du gaz n°3	<input type="text"/>

Type d'énergie pour fonctionnement	<input type="text"/>	Puissance*	<input type="text"/>	*si dépendant de la masse traitée, synchroniser avec l'onglet conditionnement expérimentation
------------------------------------	----------------------	------------	----------------------	---

<b>Protocole en maintenance</b>	<-- Ouvrez le formulaire du protocole en maintenance
---------------------------------	--

## • Descriptif protocole en fonctionnement

Protocole en maintenance X

Informations utiles pour la réalisation d'ACV

Rappeler anc. info	<input type="text"/>	Réf info expérience	<input type="text"/>
type de consommable maintenance 1	<input type="text"/>	quantité de consommable maintenance 1/an	<input type="text"/>
Provenance du consommable 1	<input type="text"/>		
type de consommable maintenance 2	<input type="text"/>	quantité de consommable maintenance 2/an	<input type="text"/>
Provenance du consommable 2	<input type="text"/>		
type de consommable maintenance 3	<input type="text"/>	quantité de consommable maintenance 3/an	<input type="text"/>
Provenance du consommable 3	<input type="text"/>		
Aucunes informations			<input type="text"/>

Enregistrer Rappeler anc. info

Retour Modifier

## • Réglages expérimentation

Réglages expérimentation X

Rappeler anc. info	<input type="text"/>	Réf info expérience	<input type="text"/>	Nom Protocole	<input type="text"/>
Durée (min ou heure)	<input type="text"/>	Unité durée	<input type="text"/>	Masse traitée (kg)	<input type="text"/>
Précisions masse traitée	<input type="text"/>				
Concentration volumique du gaz ou du mélange	<input type="text"/>	Pression Partielle du Gaz ou du mélange (Pa)	<input type="text"/>	Contrôle du débit du gaz ou du mélange	<input type="text"/>
Nature du gaz	<input type="text"/>	Quantité totale de gaz	<input type="text"/>		
Quantité consommée pour l'expérimentation	<input type="text"/>	Unité quantité du gaz*	<input type="text"/>		
gaz 1	<input type="text"/>	gaz 2	<input type="text"/>		
Proportion gaz 1 (%)	<input type="text"/>	Proportion gaz 2 (%)	<input type="text"/>		
Proportion gaz 3 (%)	<input type="text"/>				

**Si encante de carbonatation (Remplir uniquement si utilisé)**

Paramètres thermohydrauliques contrôlés	<input type="text"/>	Température (°C)	<input type="text"/>	Pression de l'enceinte	<input type="text"/>	Humidité relative (%)	<input type="text"/>
---	----------------------	------------------	----------------------	------------------------	----------------------	-----------------------	----------------------

**Si procédé dynamique gaz (Remplir uniquement si utilisé)**

Débit du gaz si alimentation en continu	<input type="text"/>	Méthode de flux	<input type="text"/>	Vitesse du flux	<input type="text"/>
---	----------------------	-----------------	----------------------	-----------------	----------------------

**Si procédé dynamique granulats (Remplir uniquement si utilisé)**

Méthode	<input type="text"/>	Vitesse de rotation si tambour (rpm)	<input type="text"/>	Fréquence si table vibrante	<input type="text"/>	Autre	<input type="text"/>
---------	----------------------	--------------------------------------	----------------------	-----------------------------	----------------------	-------	----------------------

Enregistrer Rappeler anc. info

Changer d'étape Modifier

Quitter Retour accueil

## • Résultats expérience

Résultats de l'expérience de carbonatation X

Rappeler anc. info	<input type="text"/>	Réf info expérience	<input type="text"/>
--------------------	----------------------	---------------------	----------------------

**Estimation CO2 stocké**

CO2 seul stocké	<input type="text"/>	Unité CO2 stocké	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		
Mélange stocké	<input type="text"/>	Unité Mélange stocké	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		

**Méthode d'évaluation de l'efficacité du traitement (Remplir uniquement les méthodes utilisées)**

Prise de masse	<input type="text"/>	Unité prise de masse	<input type="text"/>
Prise de masse mesurée en continu	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>
Profil de température pendant process	<input type="text"/>	min/max	<input type="text"/>
Front carbo par phénolphaléine	<input type="text"/>	Unité Front carbo par phénolphaléine	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		
Teneur CaCO3	<input type="text"/>	Unité Teneur CaCO3	<input type="text"/>
Méthode Teneur CaCO3	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>
Perte de masse par chauffage	<input type="text"/>	Unité Perte de masse par chauffage	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		
Mesure CaCO3 par fluorescence X	<input type="text"/>	Unité Mesure CaCO3 par fluorescence X	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		

**Consommations de l'expérience (à rentrer ou calculées) (hors gaz)**  
Informations utile pour la réalisation d'ACV

Eau	<input type="text"/>	Unité eau	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		
Energie	<input type="text"/>	Unité énergie	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		
Autre	<input type="text"/>	Unité autre	<input type="text"/>
Standard Deviation	<input type="text"/>		

Date dépôt si nouvelle donnée

Enregistrer Rappeler anc. info

Changer d'étape Modifier

Quitter Retour accueil

## • Matériaux traités

Matériaux traités ×

Rappeler anc. info	<input type="text"/>	Réf info expérience	<input type="text"/>		
Masse volumique réelle	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
WA (%)	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
Porosité à l'eau	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
MDE (%m)	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
LA (%m)	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
Sulfates dans l'eau	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
Chlorures dans l'eau	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
FM si sable	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
Taux phase carbonatée résiduel	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
Teneur en pâte résiduelle	<input type="text"/>	Standard Deviation	<input type="text"/>	Répétitions	<input type="text"/>
					Méthode MVR et WA <input type="text"/>
					Méthode Porosité à l'eau <input type="text"/>
					Méthode MDE <input type="text"/>
					Méthode LA <input type="text"/>
					Méthode Sulfates dans l'eau <input type="text"/>
					Méthode Chlorures dans l'eau <input type="text"/>
					Méthode taux phase carbonatée résiduel <input type="text"/>
					Méthode teneur en pâte résiduelle <input type="text"/>

Date dépôt si nouvelle donnée

## • Commentaire

Commentaire ×

Utilisateur	<input type="text"/>	<input type="button" value="Enregistrer"/>
Onglet	<input type="text"/>	<input type="button" value="Quitter"/>
Origine	<input type="text"/>	<input type="button" value="Retour accueil"/>
Mail	<input type="text"/>	
Commentaires :	<input type="text"/>	

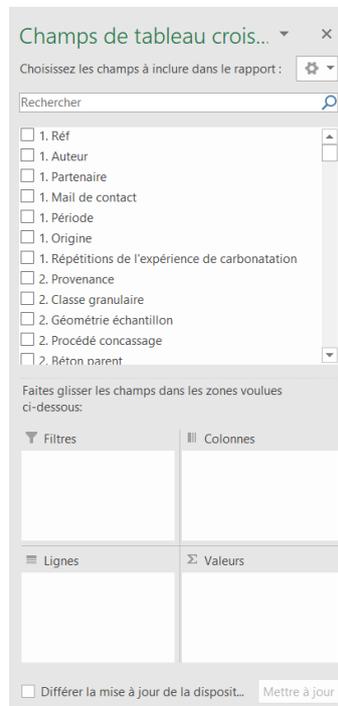
## 7. Traitement des données – Tableau Croisé Dynamique

Le traitement des données s'effectue via un Tableau Croisé Dynamique (TCD) dans la feuille *Traitement de données*. Ce TCD regroupe toutes les données saisies dans l'ensemble des onglets de la BDD. Les données sont classées selon en fonction des tableaux et sous-tableaux de données selon le schéma suivant.

1. Information expérience	6a. Descriptif protocole / Fonctionnement	7a. Réglages expérimentation / Gaz	8a. Résultats expérience / Estimation CO <sub>2</sub> stocké	9. Matériaux traités
2. Caractéristiques matériaux	6b. Descriptif protocole / Maintenance	7b. Réglages expérimentation / Enceinte de carbonatation	8b. Résultats expérience / Méthode - efficacité du traitement	10. Résultats complémentaires
3. Béton parent		7c. Réglages expérimentation / Procédés dynamiques	8c. Résultats expérience / Consommations	
4. Concassage		7d. Réglages expérimentation / Autres	8d. Résultats expérience / Autres	
5. Conditionnement matériaux				

Cet outil conserve l'ensemble des fonctionnalités d'un TCD classique élaboré avec le tableur Excel.

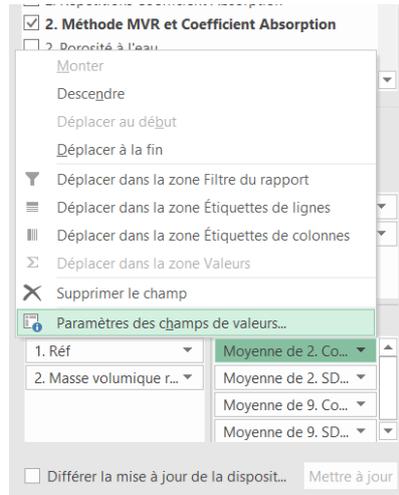
Pour configurer le TCD en fonction des besoins d'analyse, sélectionnez une case du tableau pour faire apparaître l'onglet de configuration (*Champs du tableau croisé dynamique*)



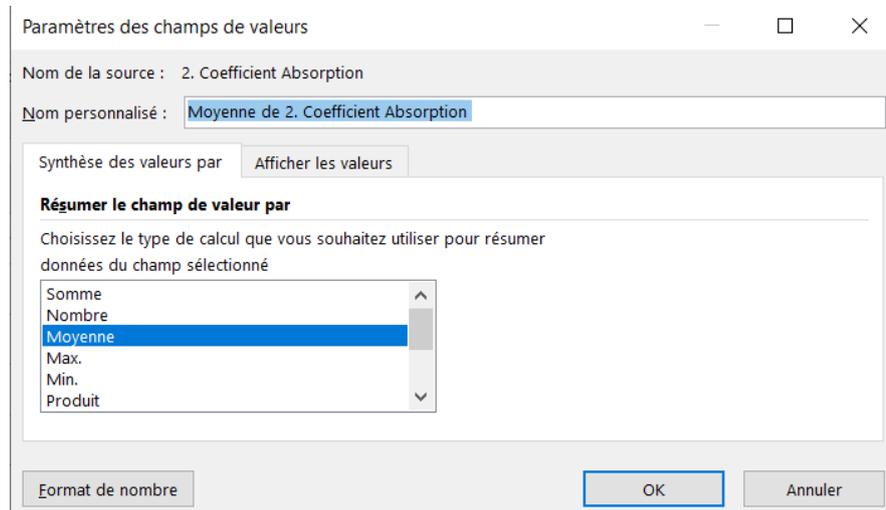
Les paramètres utilisables sont regroupés selon les formulaires de saisie initiaux tel qu'expliqué précédemment. Par une opération de glisser déposer, on choisit ceux que l'on veut utiliser et comment. Quatre utilisations sont possibles :

- **Filtres** : Rajoute un menu déroulant permettant de limiter l'affichage à une ou plusieurs occurrences du paramètre mis en filtre. Plusieurs paramètres peuvent être mis en filtre, ce qui créera autant de menus déroulants.
- **Colonnes** : permet de préciser les entêtes de colonnes du tableau. Plusieurs colonnes peuvent être ajoutées, sans notion de hiérarchie.
- **Lignes** : permet de définir le paramètre de ligne (par exemple la référence de l'essai). Il est possible de sélectionner plusieurs paramètres de lignes qui ont un lien hiérarchique selon leur ordre dans la fenêtre de configuration.
- **Valeurs** : permet la sélection des valeurs à afficher et des calculs globaux à effectuer. Après la sélection des valeurs, on peut/doit configurer l'affichage en

cliquant sur la flèche à côté de l'onglet dans la case  $\Sigma$  Valeurs puis *Paramètres des champs de valeurs*.



Une fois sélectionnée, la fenêtre de configuration *Paramètres des champs de valeurs* s'affiche



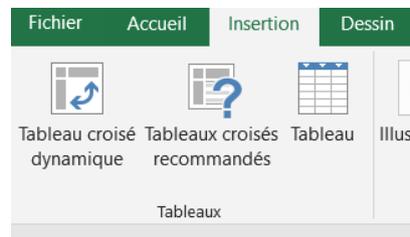
Il est alors possible de choisir le type de calcul/affichage que l'on veut et dont les principaux sont :

- Somme : fait la somme des valeurs pour saisie pour le type sélectionnée (par exemple, la somme des absorptions pour tous les granulats 10/14 traités). Quand une seule valeur ne correspond à ce choix, par exemple l'absorption pour un granulat d'un seul essai, la valeur affichée est la valeur du paramètre.
- Nombre : précise le nombre de valeurs saisies pour le type sélectionné
- Moyenne : fait la moyenne des valeurs pour saisie pour le type sélectionnée (par exemple, la moyenne des absorptions pour tous les granulats 10/14 traités). Quand une seule valeur ne correspond à ce choix, par exemple l'absorption pour un granulat d'un seul essai, la valeur affichée est la valeur du paramètre.
- Max : précise maximum des valeurs saisies pour le type sélectionné
- Min : précise minimum des valeurs saisies pour le type sélectionné

Les cases *Total global* reprennent les mêmes fonctionnalités (somme, moyenne, etc.) sur l'ensemble de la plage de valeur affichées par colonne.

Étiquettes de lignes	Moyenne de 2. Coefficient Absorption	Max. de 2. SD Coefficient Absorption	Nombre de 2. Répétitions	Coefficient Absorption
	#DIV/0!		0	41
<2,36	16,44		0	1
<4,75	4,35		0	11
0,16/2,5	8,38		0	2
0/6	7,9		0,2	33
10/14	5,864444444		1,16	18
10/20	6,796666667		0,1	3
14/16	6,218888889		1,12	9
14/20	6,58		0,6	1
2,36/5	14,98		0	1
4/10	4,452222222		0,31	9
5/10	6,238947368		0,6	19
5/20	6,08		0,6	8
5/8	7,644444444		0,96	9
8/10	6,563333333		1,08	9
Autre : 1/4	5,213333333		0,9	15
Autre : 12/20	3,92		0,3	5
Autre : 4/16	6,6		0,6	2
Billes 1.5 cm	8,07		0	1
Billes 2 cm	7,42		0	1
Billes 4 cm	9,01		0	2
<b>Total général</b>	<b>6,445660377</b>		<b>1,16</b>	<b>200</b>

En cas de suppression involontaire du TCD, il est possible de le recréer en cliquant sur Tableau Croisé Dynamique dans l'onglet Insertion du ruban.



Puis, dans la fenêtre s'ouvrant, rentrer les valeurs suivantes :

- Tableau/Plage : 'Tableau Complet'!\$B\$4:\$IL\$204
- Emplacement : 'Traitement des données'!\$A\$12

Créer un tableau croisé dynamique

Choisissez les données à analyser

Sélectionner un tableau ou une plage

Tableau/Plage : 'Tableau Complet'!\$B\$4:\$IL\$204

Utiliser une source de données externes

Choisir la connexion...

Nom de la connexion :

Utiliser le modèle de données de ce classeur

Choisissez l'emplacement de votre rapport de tableau croisé dynamique

Nouvelle feuille de calcul

Feuille de calcul existante

Emplacement : 'Traitement des données'!\$A\$12

Indiquez si vous souhaitez analyser plusieurs tables

Ajouter ces données au modèle de données

OK Annuler

Puis cliquer sur OK.

## 8. Amélioration de l'outil : vos commentaires

Les deux boutons ci-dessous permettent d'ajouter des commentaires, ils sont présents sur chaque onglet du document.



Leur activation ouvre un formulaire, les commentaires seront pris en compte dans le cadre d'une amélioration continue de l'outil et de la notice.

**Nota :** Si une entrée prédéfinie n'est pas présente dans un formulaire, merci de nous l'indiquer pour qu'elle soit intégrée dans une future version.

## Annexe 5 : Articles de congrès publiés sur les campagnes d'essais

### RUGC 2022

RUGC 2022

AJCE, vol. 40 (1)

## Carbonatation accélérée de granulats de béton recyclé – Évolution des propriétés selon leur classe granulaire

**Braymand Sandrine<sup>1</sup>, Roux Sébastien<sup>2</sup>, Schlupp Florian<sup>1</sup>, Mercado Mendoza Hugo<sup>1</sup>**<sup>1</sup> ICUBE, UMR 7357, Université de Strasbourg, CNRS, Illkirch, Cedex, France<sup>2</sup> IJL, UMR 7198, Université de Lorraine, CNRS, Nancy, France

**RESUME** Les granulats de béton recyclé (GBR) sont aujourd'hui couramment utilisés dans les bétons. Cependant, certaines de leurs propriétés amoindries et leur variabilité sont un facteur limitant pour une large mise en œuvre. En obstruant les accès au réseau poreux, le traitement des GBR par carbonatation accélérée, réduit la porosité accessible qui affecte l'absorption d'eau. Cette problématique est étudiée dans le cadre du projet national FastCarb. Ce travail analyse l'influence de la carbonatation accélérée sur l'évolution des propriétés des GBR et leur variabilité en fonction des classes granulaires. Il est montré que, pour les petites classes granulaires, l'absorption et la teneur en CaCO<sub>3</sub> évoluent de façon plus marquée et la variabilité sur l'essai d'absorption est plus nettement réduite à l'issue du traitement.

**Mots-clés** : Granulats de béton recyclé, absorption, carbonatation accélérée, classes granulaires

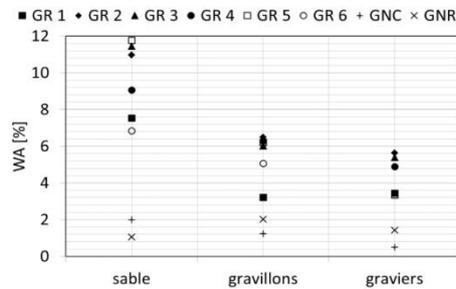
### I. INTRODUCTION

De nos jours, l'utilisation de granulats de béton recyclé (GBR) est une pratique courante dans le domaine de la construction. Obtenus par concassage d'anciens bétons, les GBR sont composés de granulats naturels et de pâte de ciment. Cette hétérogénéité dans leur composition entraîne des différences de propriétés et une large plage de variation de celles-ci avec les granulats naturels (GN), particulièrement en ce qui concerne leur absorption d'eau (voir fig. 1). Ces différences sont liées à la composition des bétons parents (béton initial avant démolition) avant le concassage et elles limitent l'utilisation à grande échelle des GBR dans les formulations de béton nouvellement mis en œuvre.

L'industrie cimentaire participe au rejet de gaz à effet de serre à hauteur de plus 5 à 7% de la totalité des gaz émis en France. Dans le but de réduire les émissions de CO<sub>2</sub> et augmenter la quantité de GBR utilisée pour la fabrication de béton, le projet FastCarb (FastCarb, 2017) propose de stocker le CO<sub>2</sub> rejeté lors de la production de ciment dans les GBR afin d'améliorer leurs propriétés. L'objectif est de proposer un système de carbonatation accélérée à échelle industrielle. (Sereng, et al., 2021).

L'objectif de cette étude est d'analyser l'évolution de l'absorption et de ses plages de variations suite à un traitement de carbonatation accélérée des GBR. L'analyse porte sur l'influence des

classes granulaires des GBR, les paramètres du traitement par carbonatation accélérée ayant été défini au préalable.



**FIGURE 1.** Absorptions à 24h (WA24) de GBR et de GN (Déodonne, 2015)

GBR : GR1 à GR6 (différentes sources) ; GNC : GN concassé ; GNR : GN roulé

## II. MATÉRIEL ET MÉTHODES

### A. Matériaux d'étude

Les GBR ont été obtenus par concassage en mars 2020 d'un béton réalisé au laboratoire en novembre 2019. Ce béton a été formulé comme un béton d'usage courant (340 kg/m<sup>3</sup> de ciment CEM II/B-M(S-LL) 32,5R CE CP1, E/C = 0,65, granulats siliceux roulés).

Ce matériau est concassé à l'aide d'un concasseur à mâchoires de laboratoire en 4 classes granulaires (en mm) : 5/8 ; 8/10 ; 10/14 ; 14/16 avant les essais de caractérisation et de carbonatation ont été faits à l'issue du concassage.

### B. Méthodes expérimentales

Afin de ne pas endommager la matrice cimentaire, les GBR ont été séchés à 60°C jusqu'à stabilisation complète de la masse, et ceci avant tout essai de caractérisation ou de carbonatation.

#### 1. Essais de caractérisations sur GBR

Les essais suivants ont été menés sur les GBR non carbonatés et carbonatés :

- Absorption (NF EN 1097-6 modifiée essais à 48h)
- Essai d'attrition micro deval à sec (selon NF EN 1097-1).
- Teneur en CaCO<sub>3</sub> par utilisation d'un calcimètre de Bernard (NF P 94-048).
- Test à la phénolphtaléine.

#### 2. Essai de carbonatation accélérée

Deux essais de carbonatation ont été réalisés sur les 4 classes granulaires selon les paramètres de carbonatation suivants :

- Pré humidification, teneur en eau appliquée : 4%
- Teneur en CO<sub>2</sub> : 15%

- Consigne en Humidité Relative dans l'enceinte : 60%
- Pression dans l'enceinte : atm
- Consigne en température dans l'enceinte : 20°C
- Durée de carbonatation : 24h

### III. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

#### A. Caractérisation des GBR

Le coefficient d'absorption à l'eau à 48h W48 présente une diminution de sa valeur pour toutes les classes granulaires (voir fig. 2.). Une diminution maximale de 1,84% est atteinte pour la classe 5/8 mm. Une baisse de la variabilité est observée pour toutes les classes granulaires, de manière significative pour les plus petites classes granulaires.

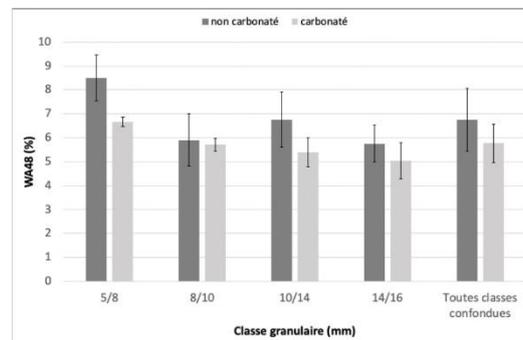


FIGURE 2. Évolution de l'absorption à 48h de GBR avant/après carbonatation accélérée

Les essais microdeval ont montré une baisse de résistance à l'usure avec une attrition stable voire augmentée suite à la carbonatation accélérée, la plage de variation est quant à elle globalement augmentée (en moyenne : 7,58% +/- 2,57% GBR non carbonatés et 10,61% +/- 5% GBR carbonatés).

#### B. Efficacité de la carbonatation

La teneur en  $\text{CaCO}_3$  du mortier accolé des GBR augmente significativement pour toutes les classes granulaires, cette augmentation est comprise entre 10,34% et 16,55% (voir fig. 3.). La variabilité sur cette mesure reste faible voire diminue pour les petites classes granulaires mais augmente pour les classes granulaires supérieures à 10 mm.

Les observations au test à la phénolphthaléine confirment une carbonatation superficielle complète après la carbonatation accélérée.

Un gain de masse (sur matériau sec) significatif entre les GBR non carbonatés et carbonatés est relevé (voir fig. 4.), quelle que soit la classe granulaire, ce gain de masse est supérieur à 10g par kg de GBR.

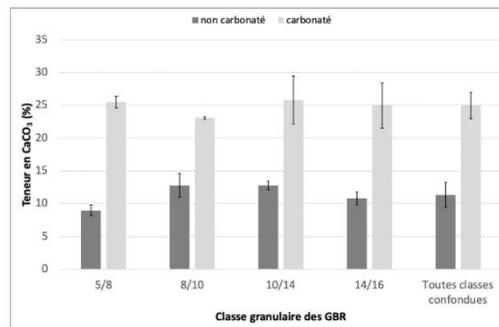


FIGURE 3. Évolution la teneur en CaCO<sub>3</sub> du mortier accolé de GBR avant/après carbonatation accélérée

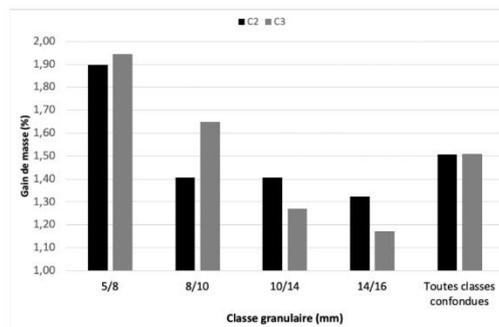


FIGURE 4. Gain de masse de GBR suite à 3 carbonatations accélérées

#### IV. CONCLUSION

La carbonatation accélérée selon les paramètres appliqués améliore l'absorption des GBR, augmente la teneur en CaCO<sub>3</sub> du mortier accolé et engendre un gain de masse. L'absorption et la teneur en CaCO<sub>3</sub> évoluent de façon plus marquée pour la plus petite des classes granulaires. La variabilité sur l'essai d'absorption est diminuée, notamment pour les classes granulaires plus petites. L'attrition semble augmentée par la présence de CaCO<sub>3</sub> nouvellement formé.

#### REFERENCES

- Déodonne, K., 2015. *Études des caractéristiques physico-chimiques des bétons de granulats recyclés et de leur impact environnemental*, Strasbourg, Thèse de doctorat, Université de Strasbourg, ED269. <https://www.theses.fr/2015STRAD013>
- Sereng, M., Djerbi, A., Metalssi, O. O. & Torrenti, J. M., 2021. Improvement of Recycled Aggregates Properties by Means of CO<sub>2</sub> Uptake. *Appli. Sci.*, 11(6571), pp. 1-22.
- Fastcarb, Projet National Fastcarb, IREX, 2017-2022, <https://fastcarb.fr/>

## SYNECRETE 2023



# Influence of the Composition of Original Concrete on the Carbonated Recycled Concrete Aggregates Properties

Sandrine Braymand<sup>1</sup>(✉) , Sébastien Roux<sup>2</sup> , Hugo Mercado Mendoza<sup>1</sup>,  
and Florian Schlupp<sup>1</sup> 

<sup>1</sup> ICube, Strasbourg University, CNRS, UMR 7357, Strasbourg, France  
s.braymand@unistra.fr

<sup>2</sup> Institut Jean Lamour, Lorraine University, CNRS, UMR 7198, Nancy, France

**Abstract.** Recycled concrete aggregates (RCA) heterogeneity, leads to different properties compared to the natural aggregates (NA), especially in terms of their water absorption (WA24). Moreover, the variability of these RCA properties is larger than the NA one. This is mainly due to the compositions of original concrete. These disparities in properties and their high variation range limit the reuse of RCA in concrete. In the construction industry, concrete production has a significant environmental impact. Indeed, the cement production induces high greenhouse gas emissions. Accelerated carbonation of RCA can combine the advantages of a capture of CO<sub>2</sub> issued from plant and a reduction of water absorption of aggregates. Indeed, the carbonation reaction clogs the capillary networks of aggregates and then reduces the accessible porosity that directly influences the water absorption. To reduce global carbon dioxide emissions and to enhance the recycling of RCA, the French national project FastCarb aims to optimize an accelerated carbonation process at an industrial scale. This work is to study the evolution of RCA properties, issued from several batches, following treatment in a carbonation chamber with defined parameters. This paper analyzes the influence of accelerated carbonation and its efficiency on the evolution of the RCA absorption and its variability. In order to identify the influence of the composition of original concrete, RCA with various original concrete compositions were crushed then tested. It was shown that accelerated carbonation decreases RCA absorption but not its variability. Carbonation (evaluated by mass gain) and absorption reduction efficiencies are not directly correlated.

**Keywords:** Recycled concrete aggregate · Accelerated carbonation · Absorption · Mass gain

## 1 Introduction

Recently, the use of recycled concrete aggregates (RCA) is a common practice in the construction industry. Obtained by crushing old concrete, RCA are composed of natural aggregates and cement paste. This composition leads to some differences in properties

© The Author(s), under exclusive license to Springer Nature Switzerland AG 2023  
A. Jędrzejewska et al. (Eds.): SynerCrete 2023, RILEM Bookseries 43, pp. 560–569, 2023.  
[https://doi.org/10.1007/978-3-031-33211-1\\_50](https://doi.org/10.1007/978-3-031-33211-1_50)

with natural aggregates (NA) and a wide range of variation in these properties, particularly regarding their water absorption (see Fig. 1). These differences are due to the composition of the parent concrete (initial concrete before work demolition) and limit the use of GBR in new concrete at large scale.

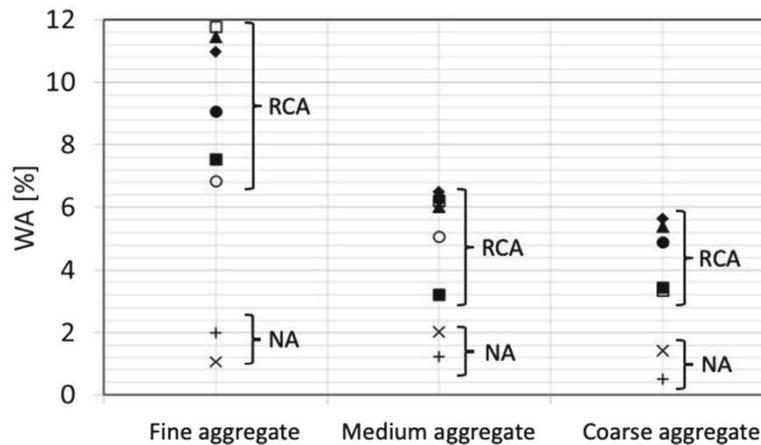


Fig. 1. 24h water absorption (WA24) of RCA and NA and their variations [1]

The cement industry contributes 5–7% of the global greenhouse gas emissions.

In an attempt to reduce CO<sub>2</sub> emissions and to expand the volumes of RCA used in concrete production, the FastCarb project [2] intends to store the CO<sub>2</sub> released during cement production in RCA while improving their properties.

The carbonation of concrete has been widely studied in the past as a phenomenon that can lead to the corrosion of the rebars in concrete and consequently to the degradation of concrete structures [3]. On the contrary, carbonation is now studied for its positive environmental aspect, which is the mineralization of atmospheric CO<sub>2</sub> (in the case of natural carbonation) or of CO<sub>2</sub> from industrial processes (in the case of accelerated carbonation) [4, 5].

The objective of the FastCarb project is to propose an accelerated carbonation process on an industrial scale [6].

The efficiency of the different accelerated carbonation techniques is highly dependent on many parameters specific to each one: duration of the treatment, total pressure and relative humidity in the chamber, partial pressure of CO<sub>2</sub>, possible flow of gases through the chamber (if CO<sub>2</sub> flow), possible movement of the aggregates (by rotation of the chamber for example if dynamic method), etc. [7–10].

The properties of the RCA to be treated and their conditioning before carbonation also have a major influence on the efficiency of the carbonation techniques: previous carbonation state, water saturation degree, grain size, porosity, characteristics of the parent material (nature of the cement, nature of the aggregates), etc. [7, 11].

Some research studies recommend the implementation of pre-treatment methods for recycled aggregates before the application of the carbonation process (vacuum,

562 S. Braymand et al.

water equilibrium vs controlled relative humidity, preliminary immersion in a calcium hydroxide solution, etc.) [7, 12].

These methods could increase the storage of CO<sub>2</sub> as well as the beneficial effects on the physical and mechanical properties of the treated aggregates.

The composition of the RCA is a major factor of the carbonation reaction potential, especially its cement content. Indeed, the content and type of cement define the quantity of phases that can be carbonated (portlandite Ca(OH)<sub>2</sub>, hydrated calcium silicates C-S-H, ...) [13, 14].

In the case of carbonation of concrete, the progress of the carbonation front decreases with the cement content of the concrete due to a buffer effect. Also, the rate of carbonation can be correlated with the mechanical properties of the concrete, as high strength material induces a compact microstructure limiting the reactions with the CO<sub>2</sub> [15].

The mass gain during accelerated carbonation is an indicator that allows a qualitative evaluation of the process efficiency in some situations, e.g. when selecting the parameters of the accelerated carbonation process. Thus, Djerbi considers that the mass of CO<sub>2</sub> fixed during the carbonation is correlated to the dry mass gain. This approach underestimates the rate of CO<sub>2</sub> capture by 5 to 10%, but this error is assumed to be systematic for a given recycled aggregate [16].

The evaluation of the influence of mineralised CO<sub>2</sub> during carbonation on the properties of RCA, in particular their absorption, requires specific investigation. The objective of this study is to analyze the evolution of the absorption and its ranges of variation after an accelerated carbonation treatment of RCA. The analysis includes the influence of the composition of the parent concrete of the RCA. The parameters of the accelerated carbonation treatment were defined beforehand considering an analysis of literature and a consultation between the research teams of the FastCarb project. A qualitative approach to estimate the efficiency of the treatment, i.e. the quantity of mineralized CO<sub>2</sub>, is proposed by measuring the mass gain resulting from the carbonation. Furthermore, a pH test based on phenolphthalein pulverization was performed in order to check if the carbonation of the specimen was homogeneous after the treatment.

## 2 Materials and Methods

### 2.1 Materials

RCA were obtained by crushing in November 2020 concrete produced in the laboratory between February and March 2019. They were formulated as ordinary concrete. The composition parameters are given in Table 1.

Workability of concrete was controlled by slump test. Concrete were tested in compression 28 days of curing. The results are given in Table 2.

Concrete were crushed using a laboratory jaw crusher and then separated into 2 granular grades 0/4 mm and 4/10 mm. In this study, only the 4/10 mm RCA were studied and then carbonated. A control of the carbonation depth of the 16 × 32 cm specimen was performed before crushing to assure that a residual potential of carbonation existed.

**Table 1.** Concrete compositions.

Concrete ref	Natural Aggregate origin	Cement type	W/C ratio	Cement content (kg/m <sup>3</sup> )
BT19-1	Rolled, silico-calcareous	CEM I-52.5	0.66	280
BT19-2	Rolled, silico-calcareous	CEM II-42.5	0.66	280
BT19-3	Rolled, silico-calcareous	CEM III-42.5	0.66	280
BT19-4	Rolled, silico-calcareous	CEM I-52.5	0.58	350
BT19-5	Rolled, silico-calcareous	CEM II-42.5	0.58	350
BT19-6	Rolled, silico-calcareous	CEM III-42.5	0.58	350

**Table 2.** Compressive strength results, 28 days of age, (MPa).

Concrete ref	Comp. Strength	Slump class
BT19-1	34	S4
BT19-2	25	S5
BT19-3	26	S4
BT19-4	37	S3
BT19-5	34	S3
BT19-6	30	S4

## 2.2 Methods

In order to limit damage to the cementitious matrix, the RCA were dried at 60 °C until the mass was completely stabilized, before any characterisation on RCA or RCA carbonated (RCAC), and also before carbonation tests on RCA. A pH test based on phenolphthalein pulverization was performed in order to check if the carbonation of the specimen was homogeneous after the treatment.

**RCA Characterization.** Absorption tests (W24) were performed on non-carbonated RCA and carbonated RCA according to NF EN 1097-6 standard. For each composition and carbonation state, the absorption test was performed for three samples (150g each). Mass increase in terms of gain between non-carbonated RCA and carbonated RCA were measured.

**Accelerated Carbonation Test.** A carbonation test was performed on the RCA with the following carbonation parameters:

- Pre-humidification, applied water content: 75% of W24 (measured on an initial batch of non-carbonated RCA)
- CO<sub>2</sub> content in the chamber: 15%.
- Relative humidity set point in the chamber: 60%.
- Pressure in chamber: atm
- Temperature set point in the chamber: 20 °C

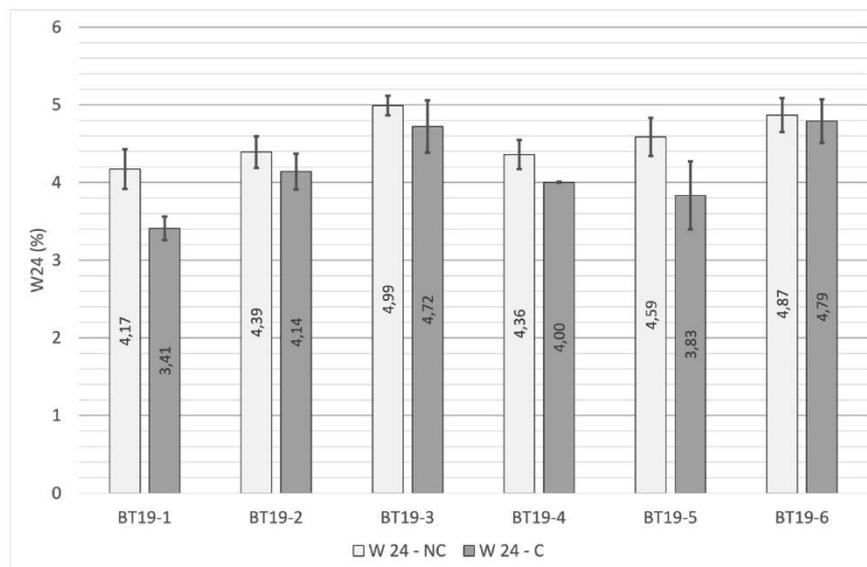
564 S. Braymand et al.

– Carbonation time: 24 h

The 6 RCA samples (BT19-1 to 6) were processed during a single carbonation test. For each composition, 1200g sample was submitted to carbonation test. Water content was controlled after the carbonation process. Evolution of the relative humidity set point in the chamber was controlled.

### 3 Results and Discussion

Considering all the specimens the mean absorption is  $4.56\% \pm 0.37$  before carbonation (RCA) and  $4.20\% \pm 0.60$  after it (RCAC). The decrease of absorption is about 0.37 points (Absolute  $\Delta W_{24}$ ) that represents a relative value of 8% based on the initial value before carbonation (Relative  $\Delta W_{24}\%$ ). The increase of the standard deviation (variability of absorption) is 0.22 points (Absolute  $\Delta \sigma W_{24}$ ) that represents a relative value of 60% based on the initial value before carbonation (Relative  $\sigma W_{24}\%$ ). Detailed values by composition are given Fig. 2 and Table3.



**Fig. 2.** Absorption (W24) of RCA (NC) and RCAC (C).

Considering a same cement paste volume (or a same water-to-cement ratio), respectively 28% for samples BT19-1 to BT19-3 and 32% for 4 to 6 samples BT19-4 to BT19-6; in the case of RCA samples, absorption increases with clinker content and mechanical strength. Clinker contents are respectively 98% for CEM I, 86% for CEM II and 37% for CEM III. For RCA samples 4 to 6, increase of absorption could also be attributed to decrease of mechanical strength. In the case of RCAC samples, except for the BT19-5, the same conclusion can be announced. (n.b. BT19-5 C presents a high variability).

Considering comparison between samples BT19-1 with BT19-4, BT19-2 with BT19-5 and BT19-3 with BT19-6, a higher cement content with a lower water-to-cement ratio (leading to a higher cement paste volume) increases slightly absorption in the case of CEM I and CEM II. As a consequence, the increase of mechanical strength due to higher cement and paste cement content doesn't lead to a decrease of absorption.

For all the RCA, carbonation treatment decreases absorption. On contrary variability (3 repetition tests) is deteriorated for RCAC compared to RCA (Table 3). This contradiction could be explained by a modification of the pore size distribution, despite a global reduction of porosity.

**Table 3.** Absorption and variability evolutions between RCA and RCAC

Concrete ref	Absolute $\Delta$ W24	Relative $\Delta$ W24 (%)	Absolute $\Delta$ $\sigma$ W24	Relative $\sigma$ W24 (%)
BT19-1	-0.76	-18.33	-0.13	-40.81
BT19-2	-0.25	-5.74	0.03	12.45
BT19-3	-0.27	-5.39	0.26	165.95
BT19-4	-0.36	-8.22	0.28	120.24
BT19-5	-0.75	-16.42	0.24	78.80
BT19-6	-0.08	-1.58	0.07	27.52

As a global result, carbonation leads to a decrease of absorption but to an increase of absorption variability in absolute and relative values.

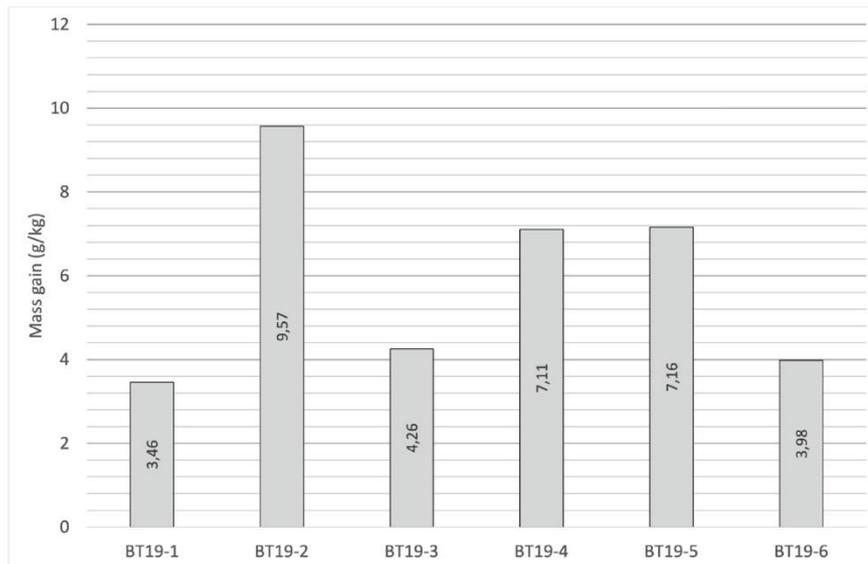
Considering all the specimens the mean mass gain due to carbonation is  $5.92\% \pm 2.63$ , that represents  $5.95 \text{ g/kg}$  of RCA (Fig. 3).

Gain mass seems to be independent from composition, mechanical strength and initial absorption of RCA.

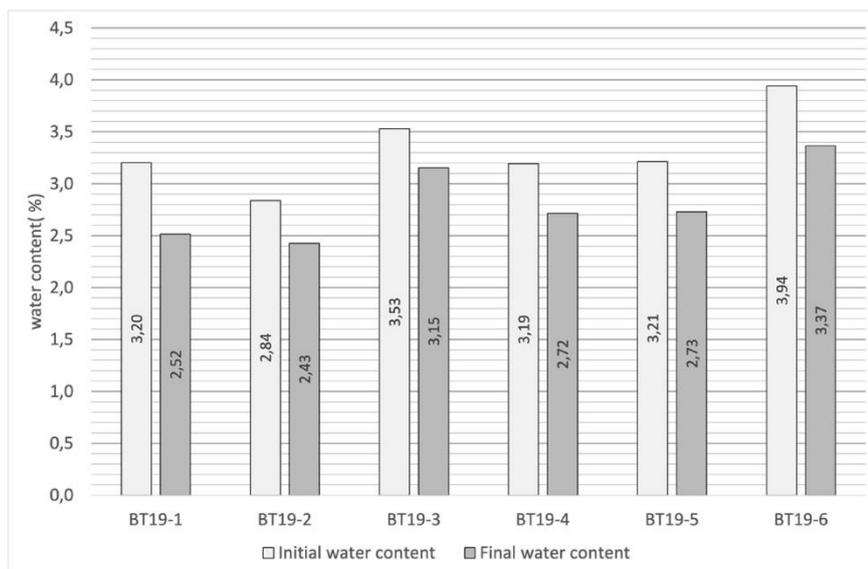
Regarding the evolutions of water content of the samples and of the relative humidity point in the chamber during the treatment (up to 90%), it could be considered that a non-conservation of the thermohydric equilibrium contributes to dispersing the results, especially mass gain. Indeed, the mean water content variation is  $0.50 \pm 0.10$  points that represents a relative value of 15.12% based on the initial value before carbonation (Fig. 4). A slight correlation between mass gain and water content evolution is observed: the more the sample loss water, the less gain mass is observed. Furthermore, simultaneous carbonation of many samples issued from different compositions and initial absorptions could lead to a global hydric equilibrium in the chamber.

Monitoring the efficiency of the treatment by measuring the mass gain does not allow to dissociate the evolutions of mass due to different origins: release of bound water, reduction of the amount of portlandite, formation of calcite, ... Moreover, when gain mass is used to qualify the carbonation of RCA, only the carbonation of portlandite is concerned, for the other hydrates (CSH, ettringite) the water loss balance is difficult to estimate [17].

566 S. Braymand et al.



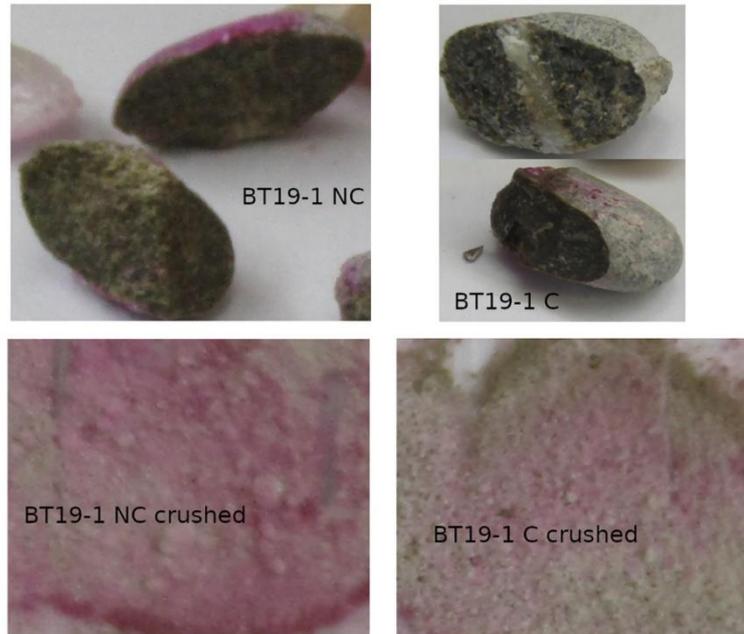
**Fig. 3.** Mass gain between RCA (NC) and RCAC (C).



**Fig. 4.** Pretreatment water content of RCA (NC) and water content of RCAC (C) at the end of the carbonation treatment.

For future tests, gain mass measurement to qualify the efficiency of a carbonation process should only be used for a comparison between RCA whose parent concrete compositions (especially the cement phase) are close [18].

Phenolphthalein test observations confirm that RCA samples were carbonated by the treatment. As illustrated Fig. 5. For BT19-1, crushed RCAC are higher carbonated than RCA.



**Fig. 5.** Phenolphthalein test of RCA (NC) and RCAC (C) - Aggregate and crushed aggregate

Part of results observed in this study are confirmed by literature. In particular, it was shown in this study that accelerated carbonation decreases RCA absorption for all compositions (parent concrete) and phenolphthalein tests confirm the carbonation of RCA after treatment. This conclusion is commonly accepted and mentioned by Torrenti and al [19].

No notable correlation between decrease of the absorption or gain mass (due to carbonation) and initial composition or properties of the samples were identified. But it is known in literature that content and type of cement define the quantity of phases that can be carbonated [13, 14]. One could expect that compositions with higher cement/clinker content should present a higher decreasing of absorption and a higher mass gain. This no correlation could be explained from one part by initial mechanical strength of RCA which were linked to clinker content and cement paste content. Indeed high strength material induces a compact microstructure limiting the reactions with the  $\text{CO}_2$  [15]. It is also important to mention that for the same cement paste content and whatever the sample state (carbonated or not), it was shown on this study that absorption is correlated to clinker content but for the same cement type none of cement paste content and compressive strength have any significant influence on absorption. Thus, it could be concluded that efficiency of accelerated carbonation cannot be directly correlated to

568 S. Braymand et al.

initial composition or to initial properties (mechanical strength and absorption) of RCA because influences of these parameters are contradictory. Furthermore, it was concluded that mass gain measurement is insufficient to quantify efficiency of carbonation process mainly because it is based on the carbonation of the only portlandite [17].

#### 4 Conclusion and Perspectives

The influence of accelerated carbonation and its efficiency on the evolution of the RCA absorption and its variability were analyzed and deepened. The main conclusions and perspectives of this study are:

- It was confirmed that accelerated carbonation decreases RCA absorption and increases carbonation depth but after accelerated carbonation, absorption variability increases for almost all the samples although absorption decreases.
- Initial compositions and properties of RCA could lead to opposite influences on the efficiency of accelerated carbonation process (carbonation potential and accessible porosity).
- No correlation between mass gain and initial absorption were identified. The change of water content over the carbonation treatment influences the mass gain. This change is linked to the thermo-hydric equilibrium. The release of water during the carbonation of cement hydrates and the drying in the carbonation chamber (HR 60%) disrupt this equilibrium.
- As a recommendation for further tests, samples of different compositions and/or different absorptions should be treated separately to avoid mutual interactions. Especially as water content is managed by initial absorption.
- For the evaluation of the carbonation efficiency, measurement of  $\text{CaCO}_3$  content should be more accurate than the one of mass gain, owing to various complex origins of this gain mass.
- In order to enhance the comprehension of correlation between absorption and  $\text{CO}_2$  fixation, more investigations on  $\text{CaCO}_3$  content and crystallography (calcite, aragonite, vaterite polymorphous) should be performed. Indeed, their formations are influenced by the physico-chemistry of the environment (pH, temperature, etc.). Different shapes of the three  $\text{CaCO}_3$  polymorphous crystals should lead to different “clogging” of the porous network and as a consequence to different influences on the absorption evolution. Moreover, as mentioned by Thierry [20], the clogging of porous network prevents the ions transfer and as consequence, progression of carbonation.
- Current research conducted within the scope of the French national project Fastcarb should contribute to clarify several of these questions.

#### References

1. Déodonne, K.: Études des caractéristiques physico-chimiques des bétons de granulats recyclés et de leur impact environnemental, Strasbourg, Ph.D. thesis, Strasbourg University (2015)
2. Fastcarb National Project. <https://fastcarb.fr/>. Accessed 29 Nov 2022

3. Baroghel-Bouny, V., Carpa, B.: La durabilité des armatures et du béton d'enrobage, in La durabilité des bétons. In: Ollivier, J.P., Vichot, A. (eds.) Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, pp. 303–385 (2008)
4. Fernández-Bertos, M.: A review of accelerated carbonation technology in the treatment of cement-based materials and sequestration of CO<sub>2</sub>. *J. Hazard. Mater.* **112**(3), 193–205 (2004)
5. Jang, J.G.: Review on recent advances in CO<sub>2</sub> utilization and sequestration technologies in cement-based materials. *Constr. Build. Mater.* **127**, 762–773 (2016)
6. Sereng, M.: Improvement of recycled aggregates properties by means of CO<sub>2</sub> uptake. *Appl. Sci.* **11**(14), 1–22 (2021)
7. Zhan, B.: Experimental study of CO<sub>2</sub> curing for enhancement of recycled aggregate properties. *Constr. Build. Mater.* **67**(A), 3–7 (2014)
8. Brück, F.: Accelerated carbonation of waste incinerator bottom ash in a rotating drum batch reactor. *J. Environ. Chem. Eng.* **6**(4), 5259–5268 (2018)
9. Chang, E.-E.: Accelerated carbonation of steelmaking slags in a high-gravity rotating packed bed. *J. Hazard. Mater.* **227–228**, 97–106 (2012)
10. Simoes dos Reis, G.: Effect of the accelerated carbonation treatment on the recycled sand physico-chemical characteristics through the rolling carbonation process. *J. CO<sub>2</sub> Utilization* **39**, 1–12 (2020)
11. Kurdowski, W.: *Cement and Concrete Chemistry*, 1st edn. Springer, Heidelberg (2014)
12. Pan, G.: Effect of CO<sub>2</sub> curing on demolition recycled fine aggregate enhance by calcium hydroxide pre-soaking. *Constr. Build. Mater.* **154**, 810–818 (2017)
13. Mistri, A.: A review on different treatment methods for enhancing the properties of recycled aggregates for sustainable construction materials. *Constr. Build. Mater.* **233**, 1–12 (2020)
14. Liang, C.: Utilization of CO<sub>2</sub> curing to enhance the properties of recycled aggregate and prepared concrete: a review. *Cement Concr. Compos.* **105**, 1–14 (2020)
15. Shah, V.: Determination of carbonation resistance of concrete through a combination of cement content and tortuosity. *J. Build. Eng.* **2022**(60), 105176 (2022)
16. Djerbi, A.: Stockage du CO<sub>2</sub> dans les granulats recyclés: développement des procédés de carbonatation accélérée. *Acad. J. Civil Eng.* **40**(3), 1–19 (2022)
17. Cazagliu, B., Djerbi, A.: Méthode de détermination du CO<sub>2</sub> piégé. In : Fast Carb Conférence: Le béton recyclé, un puits de carbone!, Paris, France, 27 Sept 2022
18. Braymand, S.: Carbonatation accélérée de granulats de béton recyclé – Évolution des propriétés selon leur classe granulaire. *Acad. J. Civil Eng.* **40**(1), 76–79 (2022)
19. Torrenti, J.M.: The FastCarb project: taking advantage of the accelerated carbonation of recycled concrete aggregates. *Case Stud. Constr. Mater.* **17**, e01349 (2022)
20. Thiery, M.: Carbonation kinetics of a bed a recycled concrete aggregates: a laboratory study on models materials. *Cem. Concr. Res.* **46**, 50–65 (2013)