

Projet de recherche et développement



Stockage de CO₂ par carbonatation du béton recyclé

RAPPORT DE RECHERCHE / LIVRABLE

Etude de la microstructure des bétons de granulats recyclés : effet du traitement des GR par carbonatation accélérée

Auteur(s) / Organisme(s) :

P. BARTHELEMY – Cerib

T. PERNIN – Cerib

Thème de rattachement : PR20-GT2-2-5

ITZ des granulats recyclés carbonatés des bétons C25/30 et Voile

FCARB/R/02

LC/20/FCARB/050

04/12/2023

Site internet : www.fastcarb.fr

Plateforme collaborative : www.omnispace.fr/fastcarb

Président : Raoul de PARISOT

Directeur : Jean-Michel TORRENTI

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

Sommaire

| | |
|---|-----------|
| Sommaire | 2 |
| 1 Introduction | 3 |
| 2 Auréole de transition | 3 |
| 2.1 L’effet de paroi | 3 |
| 2.2 L’influence des granulats sur l’ITZ | 4 |
| 2.3 Propriétés de l’ITZ et lien avec la durabilité des bétons | 5 |
| 3 Les granulats recyclés/carbonatés | 5 |
| 3.1 Provenance et caractéristiques | 5 |
| 3.2 Procédés de carbonatation dynamique | 5 |
| 3.2.1 Procédé à tambour rotatif (GBR C2) | 5 |
| 3.2.2 Procédé de lyophilisation à lit fluidisé (GBR C1) | 6 |
| 4 Fabrications des bétons d’étude : voile en béton et escalier | 7 |
| 4.1 Voile BPE..... | 8 |
| 4.2 Escalier préfabriqué..... | 9 |
| 5 Microstructure au MEB | 9 |
| 5.1 Méthode d’acquisition des images..... | 9 |
| 5.2 Traitement de l’image | 10 |
| 6 Résultats | 11 |
| 7 Conclusions | 18 |
| 8 Bibliographie | 18 |
| 9 Annexe 1 | 20 |

1 Introduction

Le programme de recherche porte sur la caractérisation de la microstructure des bétons à base de granulats recyclés traités ou non par carbonatation. Compte tenu de la modification de la microstructure des granulats recyclés (GR) générée par la carbonatation accélérée. Il s'agit en particulier de préciser si l'effet du traitement par carbonatation accélérée des GR est significatif ou non sur les propriétés de microstructure des bétons de GR.

Les propriétés de la nouvelle zone de transition pour les bétons à base de granulat recyclé (ITZ) sont conditionnées par les propriétés de l'ancienne pâte du mortier attachée au granulat de référence. L'interface de zone de transition est analysée afin d'étudier l'effet de traitement par carbonatation sur la compatibilité de ces zones de transition.

La caractérisation de la zone de transition (ITZ) est réalisée avec des observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) sur les bétons fabriqués par le GT.2.2. (Passage au béton). Il s'agit de bétons fabriqués en laboratoire C25/30 (7 formules) et C45/55 (4 formules), des bétons employés pour la réalisation de voiles BPE et également pour la fabrication d'un escalier préfabriqué (4). Des essais Raman ont également été réalisés dans l'objectif de caractériser les espèces formées.

Ce présent rapport consigne uniquement les résultats du Cerib pour les bétons des BPE et le béton de l'escalier préfabriqué.

2 Auréole de transition

Le béton est souvent décrit à l'échelle microstructurale comme un matériau hétérogène composé de deux phases : les granulats et la pâte. Toutefois, la pâte de ciment est composée de nombreuses singularités, et en particulier au voisinage des granulats (OLIVIER et al., 1994).

Cette zone d'interface entre les granulats et le mortier est souvent appelée auréole de transition ou Interfacial Transition Zone (ITZ) en anglais. Cette auréole gouverne la qualité de l'adhérence entre le mortier et les gravillons.

2.1 L'effet de paroi

L'effet de paroi (MASO J.C., 1980) est principalement dû à la pellicule d'eau qui est formée autour du granulat lors du gâchage ou du ressuage. La concentration des grains anhydres du ciment est localement plus faible. Il en résulte d'une part, une augmentation locale du volume des pores dans lesquels les hydrates peuvent se développer et, d'autre part, la formation d'un gradient de teneur en eau. La structuration de la pâte ciment est ainsi modifiée sur une distance de quelques dizaines de micromètres.

Les principales caractéristiques de l'effet de paroi sur l'auréole de transition recensées par les différents scientifiques (BENTZ D.P., et GARBOBCZI E.J, 1992), (OLIVIER J.P., 1995) (CARE C., 2003) sont les suivantes :

- ▶ la porosité au voisinage de l'interface demeure plus élevée que celle du cœur de la pâte à tout âge ;
- ▶ les hydrates se développent avec un gradient de concentration dans l'auréole de transition ;
- ▶ les cristaux sont de plus grandes dimensions et la croissance de la portlandite est orientée le long de l'interface selon son plan de clivage.

2.2 L'influence des granulats sur l'ITZ

Les différentes propriétés de l'ITZ ainsi que la nature du granulat influent sur les propriétés mécaniques de la pâte (MALIER Y, 1992). Pour exemple, les granulats calcaires présentent une zone de transition plus résistante et de perméabilité plus faible en raison des réactions chimiques qui se produisent au cours du temps, tandis que les granulats siliceux (quartz) sont considérés comme neutres par rapport à la pâte de ciment.

L'effet de saturation des granulats sur le comportement mécanique global du béton (Figure 1) a également été étudié (CORTAS et al., 2010).

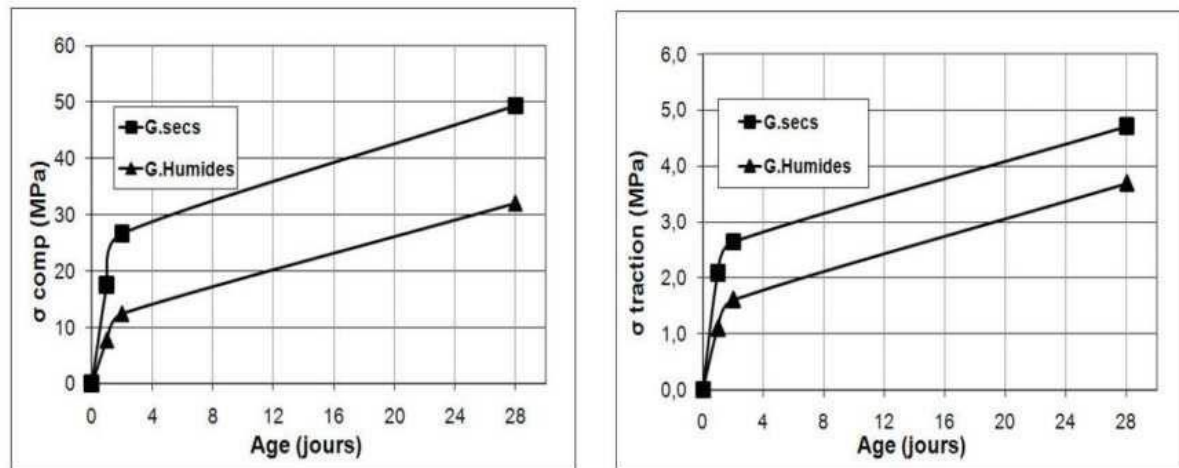


Figure 1. Résultat en compression et en traction de béton à granulat sec et humide-surface mouillée (CORTAS, 2010)

(HEMAVIBOOL S., 2007) et (CORTAS et al., 2010) ont également observé au MEB qu'avec des granulats secs, la liaison pâte-granulat est de bonne qualité, alors qu'avec des granulats humides-surface mouillée la liaison est de moins bonne qualité avec des zones poreuses au voisinage des granulats.

Ils attribuent ces résultats à la capacité d'absorption de l'eau des granulats lors du malaxage.

La porosité de surface des granulats observés par (LO T.Y. et CUI H.Z., 2004) et (KE Y., 2008) tend également à améliorer les propriétés de liaison des grains de ciment avec le granulat (Figure 2).

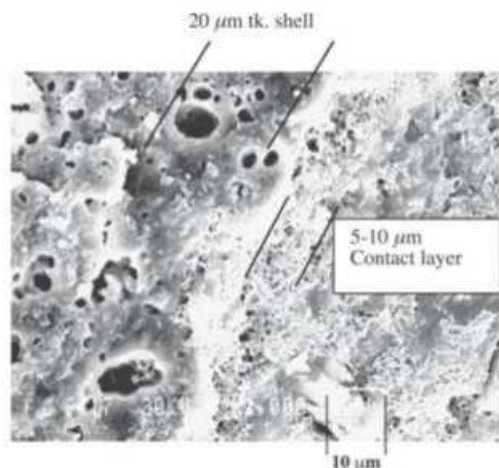


Figure 2. Zone d'interface entre un granulat d'argile expansée et la pâte de ciment dans un béton léger (CUI LO, 2004)

2.3 Propriétés de l'ITZ et lien avec la durabilité des bétons

Parmi la communauté scientifique sur le sujet de l'ITZ, les avis divergent quant à l'influence de celle-ci sur les propriétés du béton. Tandis que les travaux de (ZHENG et al., 2005) et (WINSLOW D.N., 1993) montrent que la percolation de l'ITZ au travers d'un échantillon de matériau cimentaire fournit un chemin préférentiel pour le transport de l'eau et des ions, les auteurs (DE LARRARD et al., 1994) et (RANGARUJU et al., 2010) n'ont pas démontré l'influence de cette dernière sur les propriétés du matériau.

Bétons avec des granulats recyclés

Les dernières études sur les bétons avec des granulats recyclés (BGR) ont mis en évidence l'influence des granulats recyclés sur l'ITZ (TEGGUER et al., 2015). Les propriétés de diffusion des ions chlorure, et la perméabilité aux gaz semblent être liées à la porosité et aux anhydres présents dans l'aurole de transition.

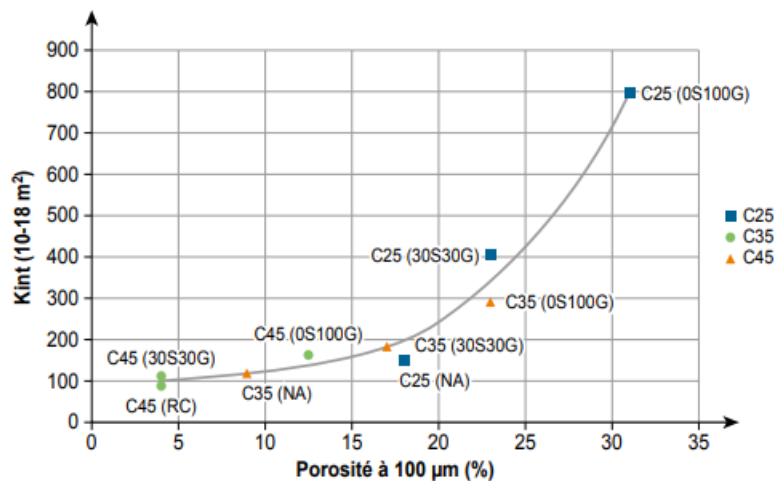


Figure 3. Perméabilité aux gaz en fonction de la porosité à 100 µm des gros gravillons observés dans le cadre du projet Recybéton (DE LARRARD F, 2020).

3 Les granulats recyclés/carbonatés

3.1 Provenance et caractéristiques

Les produits traités sont un sable recyclé et un gravillon recyclé fabriqués à la plateforme de recyclage Aggneo® de Saint-Fons. Le sable recyclé et le gravillon recyclé sont obtenus par simple concassage de béton durci issu de retours de toupies. Ce procédé résulte en la fabrication de granulats ayant différentes tailles et qui sont constitués d'un mélange de pâte de ciment durcie, de sable et de gravillons. Des lots homogènes issus de même fabrication ont été constitués et répartis sur les sites des deux pilotes (tambour tournant et lit fluidisé).

3.2 Procédés de carbonatation dynamique

3.2.1 Procédé à tambour rotatif (GBR C2)

Dans un tambour rotatif, les GBR et le gaz de cimenterie enrichi en CO₂ circulent à contre flux. Le mouvement rotatif associé aux relevateurs soudés aux blindages du tube permet de mettre en contact avec le gaz toutes les surfaces des granulats.

Le tambour rotatif constituant le pilote FastCarb installé dans l'usine Vicat de Créchy est long de 11 m et a un rayon de 2 m (Figure 4).

Le gaz alimentant le tambour est issu d'un « piquage » à la cheminée de la cimenterie qui présente une température comprise entre 40 et 60 °C et une teneur en CO₂ variant de 11 à 16 %. L'humidité relative dans le tambour est de 90 %.

Les temps de séjour dans le tube ont été optimisés, à 4 tr/min pendant 2 minutes toutes les 15 minutes par intermittence. Le temps optimal de séjour a été identifié comme étant de 60 minutes pour 3 tonnes de GBR. Le tambour est ensuite vidangé pendant 10 minutes à la vitesse de 10 tours minutes.



Figure 4. Procédé à tambour rotatif (usine Vicat de Créchy)

À la suite de cette étape, une étude sur la répartition granulométrique a été réalisée. Il en résulte que le procédé de carbonatation ne génère pas de manière excessive des particules plus fines.

Tableau 1. Taux d'humidité du sable et du granulats en entrée et sortie du tambour rotatif

| | Sable | Granulat |
|--------|--------|----------|
| Entrée | 14,5 % | 13,6 % |
| Sortie | 13,9 % | 12,5 % |

Deux campagnes de carbonatation ont eu lieu. L'une en décembre 2019 et une seconde en août 2020. Les résultats observés dans le cadre de l'étude sont issus de la seconde carbonatation. Les résultats de teneur en eau mesurée lors de la 1^{ère} campagne sont supérieurs aux optimums déterminés par l'UGE de 5,8 % pour le sable et 2,6 % pour le gravillon (SERENG, 2020). Une tentative de séchage a donc été réalisée en répartissant le sable et le gravillon au sol. La première campagne avec des teneurs en eau non-optimal a permis de capter en moyenne 31 kg de CO₂/t GBR pour la fraction 0/4 et 5 kg/ de CO₂/t GBR pour la fraction 4/16.

Aucune information n'a été transmise sur les sables et gravillons de la seconde campagne. Toutefois la période estivale (août 2020) a dû favoriser le séchage des granulats et ainsi obtenir des résultats potentiellement meilleurs en captage de CO₂. La fraction 0/4 semble également la plus intéressante à regarder en raison de sa plus grande propension à capter du CO₂. Aussi, pour cette raison et également du fait de sa plus petite dimension, la fraction 0/4 sera mise en avant dans nos observations des bétons nommés GBR C2.

3.2.2 Procédé de lyophilisation à lit fluidisé (GBR C1)

Le démonstrateur FastCarb installé depuis début 2020 à l'usine LafargeHolcim de Val d'Azergues (69) (Figure 5) est un lit fluidisé sécheur adapté pour l'occasion en un réacteur à courants croisés, les gaz de cimenteries traitant directement les granulats de béton recyclé.

Ce carbonateur est directement connecté aux gaz de cimenterie par des conduites métalliques. Le piquage des gaz d'usine est effectué sur le filtre principal situé en amont de la cheminée ; de ce fait, un filtre supplémentaire a été placé en sortie du carbonateur afin de prévenir de tout dégagement de poussière supplémentaire à la cheminée de l'usine.



Figure 5. Pilote FastCarb de Val d'Azergues (procédé Lafarge)

Des améliorations ont été réalisées à la première version afin d'optimiser les performances de carbonatation des GBR (Tableau 2).

Tableau 2. Quantité de CO₂ piégé par les granulats recyclés dans le procédé à lit fluidisé

| | | Lit fluidisé | |
|--------------------------------------|--|--------------|-----------------|
| | | Phase 1 | Phase 2 |
| Température des gaz à l'entrée (° C) | | 60-70 | 80-90 |
| Sable recyclé | CO ₂ piégé (kgCO ₂ /T) | 25 (max 36) | 39 max (max 49) |
| | Teneur en eau après carbonatation (%) | 21,8 | 6,0 |
| Gravillon recyclé | CO ₂ piégé (kgCO ₂ /T) | 9 (max 19) | 12 (max 32) |
| | Teneur en eau après carbonatation (%) | 8,6 | 2,0 |

Les granulats utilisés pour les fabrications du projet sont issus de la phase 2. Après étude de la granulométrie, il semble que ce procédé ne conduit pas à augmenter la proportion de fine du mélange. La fraction 0/4 est encore la plus carbonatée. Les observations de la zone ITZ sont donc centrées sur la fraction 0/4 des différents granulats.

4 Fabrications des bétons d'étude : voile en béton et escalier

Pour la préparation des matériaux, la méthodologie décrite dans le § 12.3.1.1.1 de l'ouvrage de synthèse du projet national Recybéton (DE LARRARD F. et COLINA H., 2020) a été utilisée pour la pré-saturation en eau et l'homogénéisation des GBR et GBRC avant malaxage. Nous rappelons que les GBR et GBRC ont été pré-humidifiés au moins 1 % de plus par rapport à leurs valeurs d'absorption.

4.1 Voile BPE

Les voiles BPE ont été réalisés sur le site de la centrale à béton d'Holcim à Tigneux (38).

Il a été utilisé les mêmes granulats carbonatés et constituants que pour les bétons de laboratoire C25/30 pour réaliser les formules appelées B2_Voile, B3_Voile et B4_Voile (Tableau 3).

Tableau 3. Formule des voiles réalisées (dosage en kg/m³)

| | B2_Voile BPE | B3_Voile BPE | B4_Voile BPE |
|---|--------------|--------------|--------------|
| 0/4 Saint Bonnet de Mure | 571 | 607 | 592 |
| 0/4 recyclé Saint fons dépôt – non carbonaté | 143 | / | / |
| 0/4 recyclé Saint fons dépôt – carbonaté LH (C1) | / | 152 | / |
| 0/4 recyclé Saint fons dépôt – carbonaté Vicat (C2) | / | / | 148 |
| 4/11.2 Saint Bonnet de mure | 107 | 106 | 106 |
| 11.2/22.4 Saint Bonnet de Mure | 363 | 358 | 358 |
| 4/16 recyclé Saint fons dépôt – Non carbonaté | 471 | / | / |
| 4/16 recyclé Saint fons dépôt – carbonaté LH | / | 464 | / |
| 4/16 recyclé Saint fons dépôt – carbonaté Vicat | / | / | 464 |
| CEM II/A-LL 42,5R VAL D'AZERGUES | 320 | 320 | 320 |
| Isoflow 7230 | 1,20 | 0,65 | 0,65 |
| Chryso CHR (%) | 0,4 | 0,4 | 0,4 |
| G/S | 1,32 | 1,22 | 1,25 |
| Eau efficace | 177 | 177 | 177 |
| Eau efficace/Ciment | 0,55 | 0,55 | 0,55 |

Les caractéristiques des bétons étudiés sont résumées dans la Figure 6.

| | B2_Voile BPE | B3_Voile BPE | B4_Voile BPE |
|-----------------------|--------------|--------------|--------------|
| Date coulage | 21/07/2021 | 22/07/2021 | 23/07/2021 |
| Affaissement T15 (mm) | 220 | 230 | 220 |
| Affaissement T90 (mm) | 210 | 180 | 190 |
| Masse Volumique T15 | 2,29 | 2,27 | 2,26 |
| Air Occlus T15 (%) | 1,7 | 2,1 | 1,9 |
| Tbéton T15 (°C) | 26 | 26 | 27 |
| Text T15 (°C) | 22 | 24 | 29 |
| Rc28 (MPa) | 32,4 | 35,7 | 29,6 |

Figure 6. Synthèse des résultats sur béton frais et résistance mécanique

4.2 Escalier préfabriqué

Le béton utilisé pour la fabrication des escaliers est réalisé à partir d'un CEM IV, et une substitution de 25 % en sable et 50 % en gravillons de GBR carbonaté (par le procédé GBRC1 – Lafarge).

Ils ont été réalisés par PBM sur leur site industriel (71). Deux formules nommées T (témoin) et ESC (Escalier) ont été observées au MEB.

Tableau 4. Résultats mécaniques des formule testées (MPa)

| | FASTCARB – Témoin (MPa) | FASTCARB – Escalier (MPa) |
|-------|--------------------------------|----------------------------------|
| Rc24h | 5,32 | 5,08 |
| Rc7j | 45,55 | 27,15 |
| Rc28j | 56,06 | 35,86 |

Tableau 5. Composition théorique du béton des escaliers (kg/m³)

| | FASTCARB - Escalier |
|---------------------|----------------------------|
| Graviers 4/10 | 407 |
| Sable 0/4 | 562 |
| Graviers FAST CARB | 408 |
| Sable FAST CARB | 188 |
| CEM IV | 350 |
| Filler | 185 |
| Adjuvant | 8 L |
| Eau gâchée consigne | 195 |

5 Microstructure au MEB

5.1 Méthode d'acquisition des images

Pour les investigations microstructurales, des échantillons de dimensions 1 x 2 x 2 cm³ ont été découpés au cœur des éprouvettes de béton hydraté âgé de 90 jours.

Leur hydratation a été stoppée par immersion pendant une semaine dans un solvant (isopropanol-2). Le solvant a été éliminé par séchage sous vide. Les éprouvettes ont été ensuite stockées dans un dessiccateur en présence de gels de silice, puis imprégnées dans une résine époxy de faible viscosité, avant d'être polies jusqu'à 0,25 µm à l'aide d'une pâte diamantée. Les échantillons (Annexe 1) ont alors été recouverts de carbone (~ 5 nm) puis analysés avec un MEB FEI QUANTA 250.

La tension de travail a été fixée à 15 kV, pour une observation optimale par analyse des électrons secondaires et des électrons rétrodiffusés. L'imagerie par électrons rétrodiffusés (BSE) a été utilisée pour étudier l'auréole de transition dans les mortiers, selon le protocole de (SCRIVENER et al., 1988). Environ 15 images BSE de champ 182 x 167 µm² (résolution de 0,18 µm par pixel) ont été acquises afin de pouvoir détecter des éléments de dimensions supérieures à 0,03 µm². Les taux de phases anhydres, d'hydrates et de porosité ont été évalués sur des bandes de 10 µm de largeur chacune.

Les résultats, moyennés sur les 45 images, ont été reportés en fonction de la distance au grain. La surface relative de chaque composant dans chaque bande a été calculée à partir de l'histogramme des niveaux de gris. Les points d'inflexion ont été utilisés pour déterminer

le seuil des produits anhydres et hydratés, tel que proposé par (WONG et al., 2006) (Figure 7) (Figure 8).

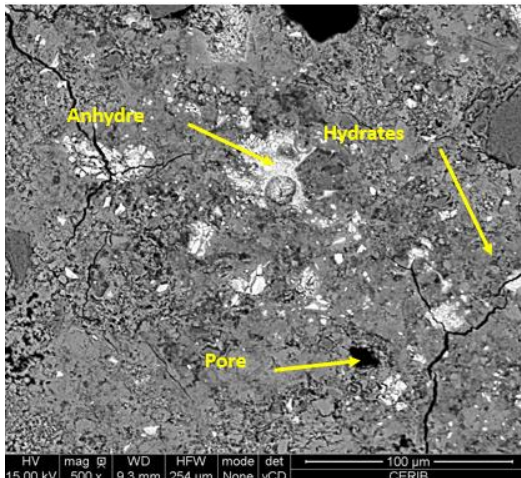


Figure 7. Image MEB en contraste chimique, en blanc apparaissent les phases anhydres et en noir apparaissent les pores de la matrice cimentaire

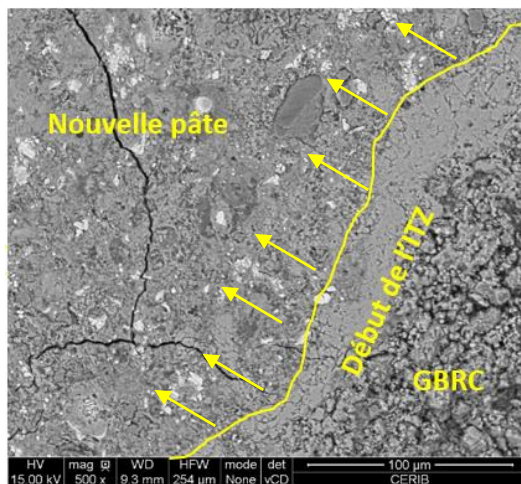


Figure 8. Interface entre la nouvelle pâte et le granulat recyclé carbonaté

5.2 Traitement de l'image

Le traitement des images est réalisé avec un programme développé sous le logiciel Python.

Il effectue de manière automatique les 4 étapes suivantes à partir de nos images MEB (Figure 9) :

- ▶ Détermination du seuil des porosités et des phases anhydres ;
- ▶ Seuillage des images en fonction des niveaux de gris des différentes phases ;
- ▶ Segmentation des images tous les 10 µm en partant du bord dessiné du GBR, jusqu'à une distance des 100 µm ;
- ▶ Calcul du pourcentage de la surface correspondant aux porosités et aux phases anhydres dans chaque zone segmentée.

Dans cette étude, la porosité apparaît en rouge et le ciment anhydre en vert, comme illustré sur la Figure 9. Quinze images autour du granulat ont été acquises. L'opération est répétée sur trois échantillons de chaque type de béton.

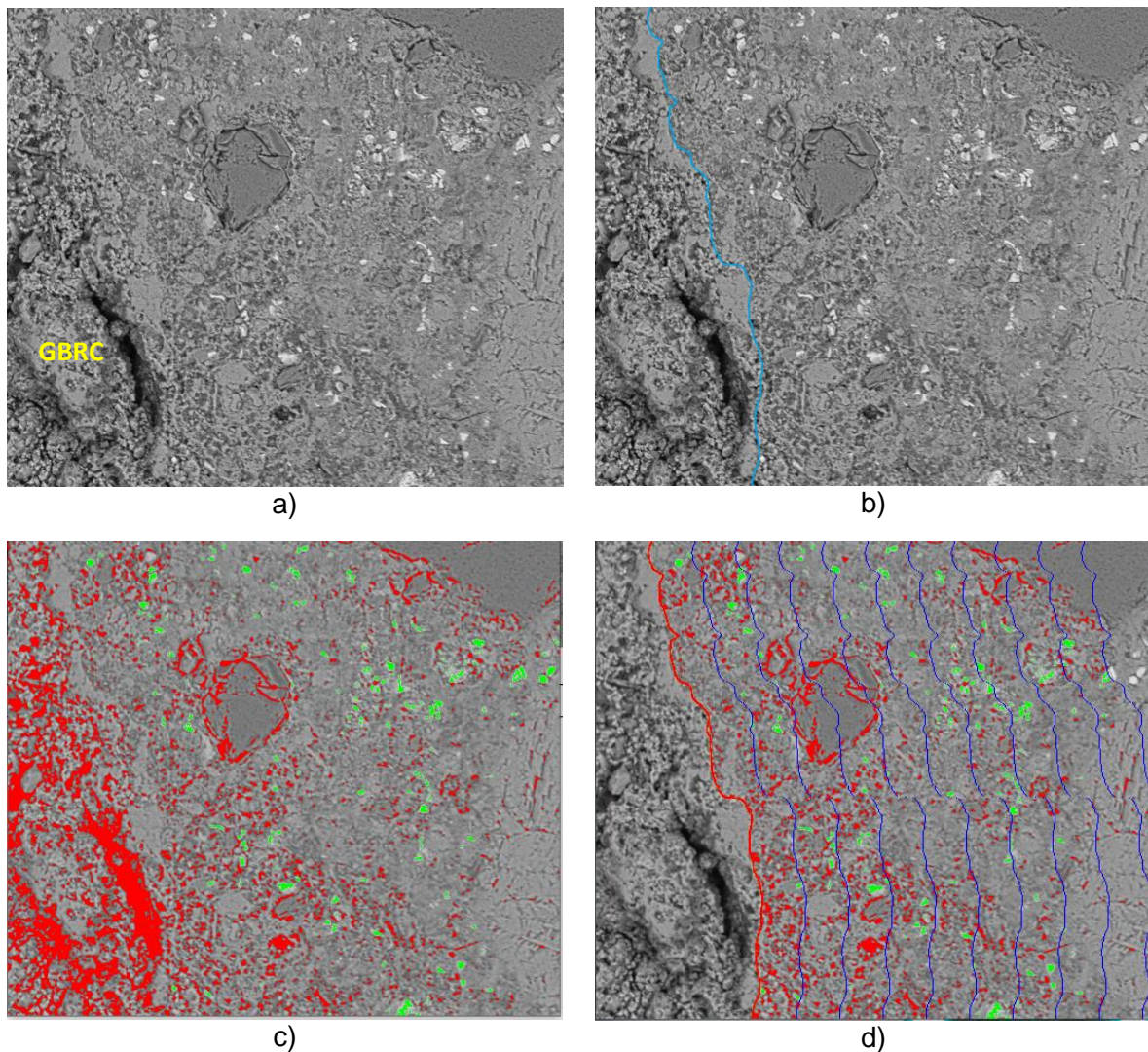


Figure 9. a) Acquisition de l'image grandissement x 500, b) Tracé de l'interface granulat recyclé/nouvelle pâte, c) Détermination du taux de phase anhydre en vert et du taux de porosité en rouge, d) Création du profil tous les 10 μm pour la répartition des différentes phases

6 Résultats

L'âge des bétons lors des observations est d'environ 1 an. Sur les bétons de voile, il a été difficile de distinguer l'ancienne pâte de la nouvelle pâte. En effet, le même type de granulat a été utilisé et le liant est également très proche chimiquement. La nouvelle pâte cimentaire du béton des voiles est plus compacte et présente des phases anhydres et des microfissures alors que l'ancienne pâte des GR apparaît à quelques endroits plus poreux. On note la présence sur les bétons B2_Voile et B3_Voile d'une épaisseur carbonatée à la surface des GR carbonaté pouvant aller jusqu'à 30 μm (Figure 10). Toutefois, cette épaisseur n'est pas répartie de façon homogène sur le GR.

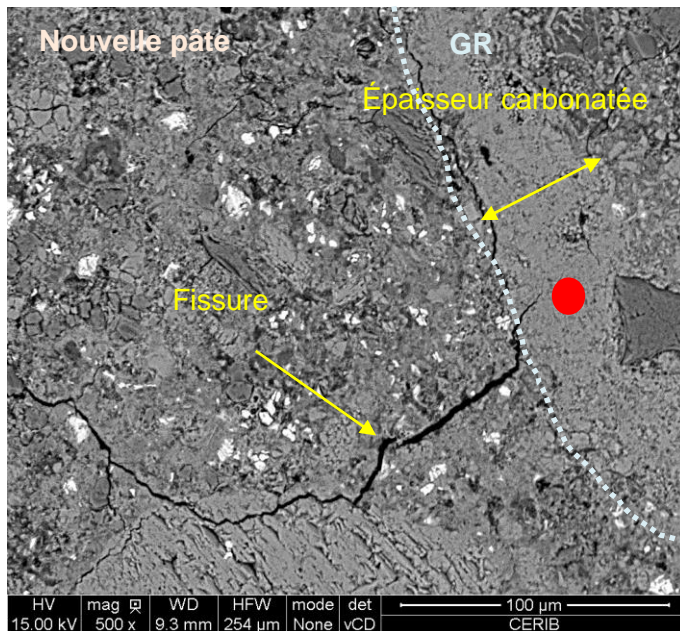


Figure 10. B4_Voile, présence de fissures et de phases anhydre dans la nouvelle pâte. Le granulat recyclé est carbonaté sur environ 30 µm à sa surface (Figure 11)

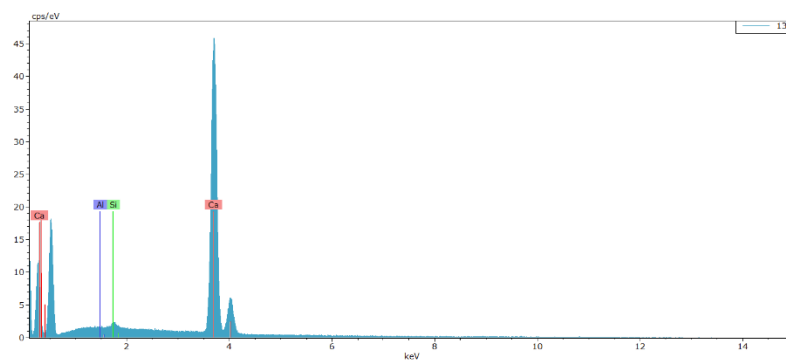


Figure 11. Analyse EDS, du pointé rouge

De plus, de très nombreuses microfissures sont observées tout autour de l'ITZ (Figure 12) surtout pour le béton B3_Voile. L'origine de ces fissures est difficilement identifiable : elles peuvent être présentes au moment du prélèvement mais les ouvertures de fissures peuvent également avoir été favorisées lors des opérations de préparation des échantillons (sciage/polissage). La procédure de polissage réalisée est toutefois celle réalisée pour les échantillons avec une dureté d'échantillon faible.

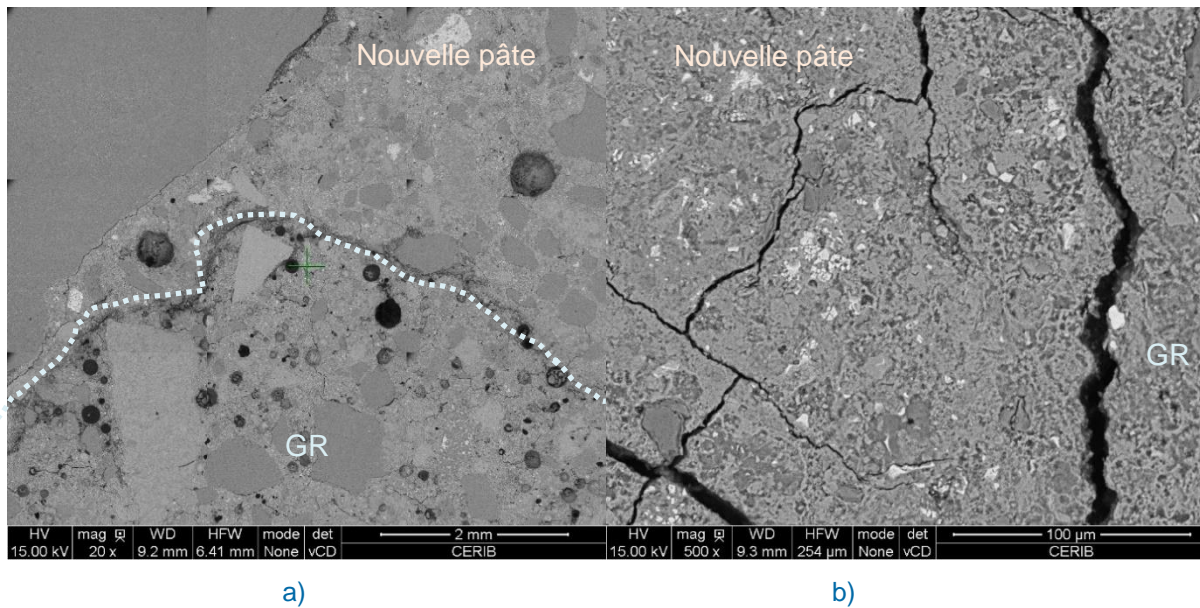


Figure 12. a) Image MEB d'un granulat recyclé dans la nouvelle pâte formule B3_Voile BPE, b) Observation localisée autour d'un GR, présence de fissure autour du granulat et dans la nouvelle pâte

L'ITZ ou l'Interface de la Zone de Transition est importante vis-à-vis des propriétés de transfert dans les bétons (DELAGRAVE et al., 1997). On observe peut de différence sur les propriétés mesurées (Figure 13 et Figure 14) entre les bétons avec granulats recyclés et les granulats recyclés carbonatés projet Fastcarb (PERNIN et al., 2023).

Sur les bétons B3 et B4 les propriétés de transfert semblent identiques au béton B2 avec des granulats naturels. Les propriétés de transferts des voiles semblent légèrement améliorées par rapport au béton avec granulats naturels.

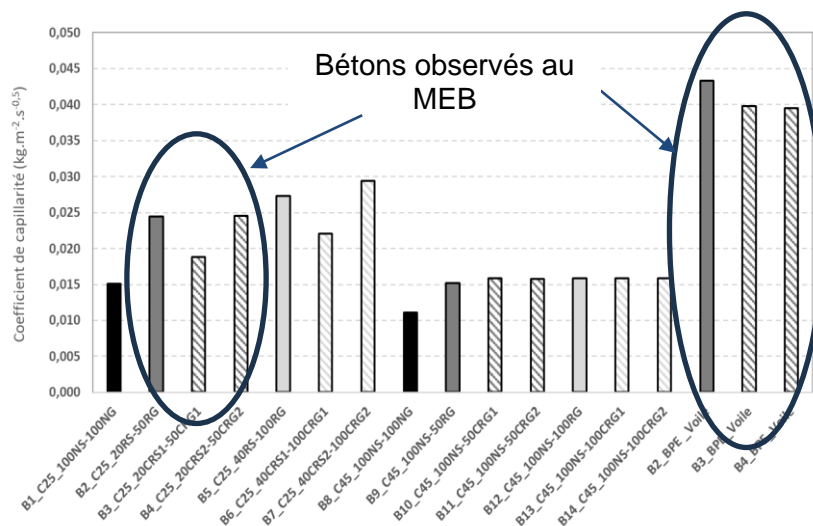


Figure 13 : Coefficient de capillarité des bétons du projet FastCarb (PERNIN et al., 2023)

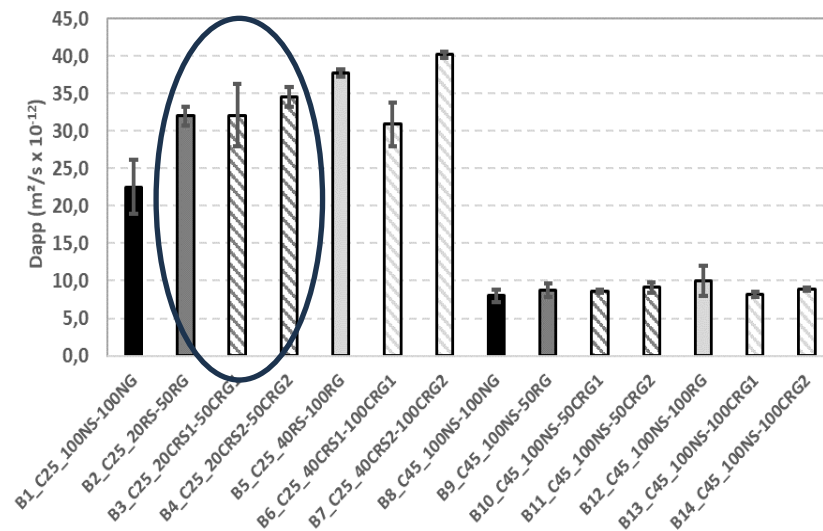


Figure 14 : Coefficient de diffusion des ions chlorure des bétons du projet FastCarb (PERNIN et al., 2023)

Sur les bétons d'escalier, il a été difficile de déterminer l'interface entre GR et la nouvelle pâte.

Toutefois, la nouvelle pâte des éléments d'escalier est localement plus compacte, tandis que l'ancienne pâte des GR apparaît localement plus poreuse.

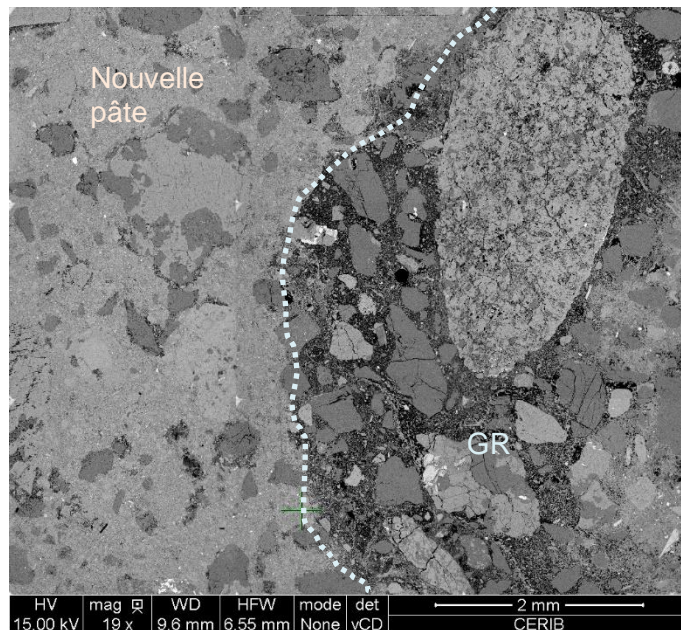


Figure 15. Image MEB d'un GR dans la nouvelle pâte sur le béton d'escalier

Comme pour les bétons de voile, les GR carbonatés (GRC) des bétons d'escalier présentent une carbonatation hétérogène de leur surface, de 0 µm (Figure 16) à quelques centaines de microns.

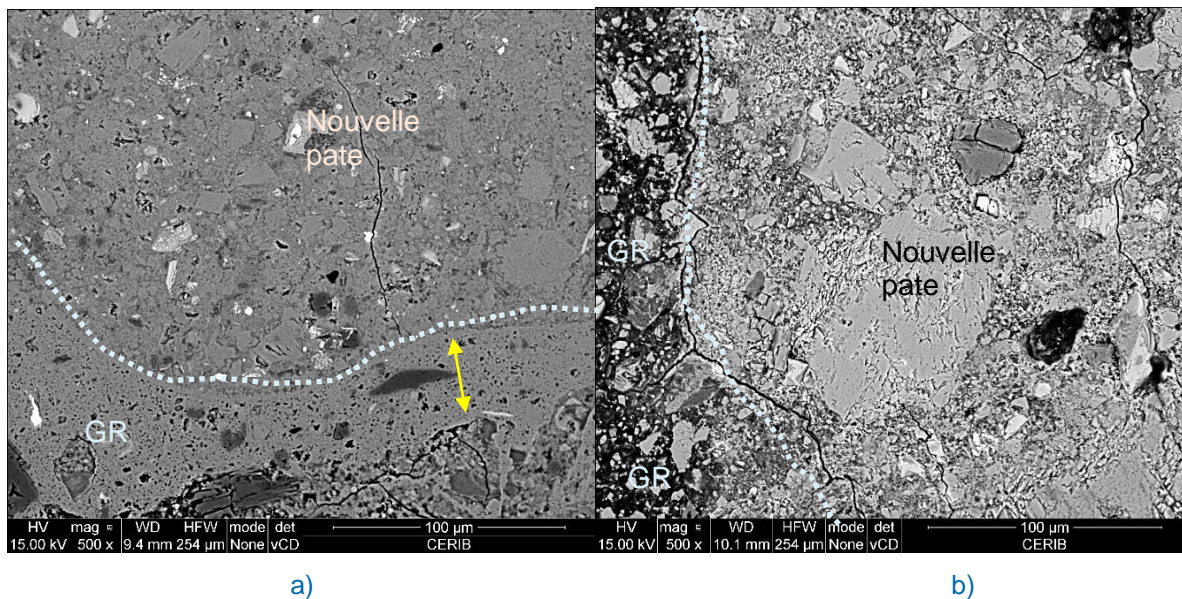


Figure 16. a) Image MEB des bétons d'escalier, observation d'une épaisseur carbonaté image ; b) Observation d'un GR très poreux et sans carbonatation

Effets de la carbonatation des GR sur l'ITZ

Les résultats des traitements d'images ont permis de conclure :

- ▶ La carbonatation des granulats de béton recyclés semble favoriser les réactions d'hydratation, en effet la phase anhydre est légèrement moins présente sur les formules des voiles B3 et B4 par rapport à la formule Voile_B2 (Figure 17). Ce résultat peut également provenir de la saturation en eau (1 % supplémentaire) des granulats recyclés avant leurs incorporations dans le mélange. Le relargage d'eau contenue dans le granulat peut modifier localement le rapport E/C au niveau de l'interface « ancienne pâte/nouvelle pâte ». On remarque ainsi une porosité plus importante ainsi qu'une proportion moindre de phase anhydre. Ce mécanisme de relargage a été observé dans des études précédentes (DJERBI A., 2018) et (ZITOUNI et al., 2020).
- ▶ La porosité à l'interface des GBR diminue lorsque l'on s'éloigne du granulat recyclé. La porosité de l'ITZ des GR est importante pour le béton B3 (carbonaté selon C1) par rapport au béton B2 (non carbonaté) et B4 (carbonaté selon C2) (Figure 18).
- ▶ On n'observe pas de stabilisation de la porosité pour les 3 bétons de voile, ceci peut signifier que l'épaisseur de ITZ va au-delà des 100 μm analysés.
- ▶ Le pourcentage de la surface des phases anhydres sur le béton de l'escalier est environ trois fois plus important que pour les formules des voiles. Il n'y a pas de diminution de cette surface jusqu'à 100 μm (Figure 19).
- ▶ D'une manière générale la phase anhydre est peu présente dans l'ITZ, un relargage d'eau d'absorption des granulats recyclés au-delà des 100 μm pourrait avoir également repoussé les grains de ciment plus loin de la surface du granulat, ce qui a également été observé par (LE T., 2015).
- ▶ L'aire de la surface de la porosité détectée sur le béton d'escalier est également plus importante que sur les formules de voile (environ 18 % à 40 μm contre 14 % pour les voiles). On note une diminution importante de l'aire de la porosité de la surface du GRC jusqu'à 20 μm puis une stagnation à environ 15 % à partir de 60 μm du GRC. Cette distance peut représenter l'ITZ de ce béton (Figure 20).

- ▶ L'escalier Témoin présente moins de phase anhydre et moins de porosité que le béton Escalier avec granulats recyclés carbonatés. L'ITZ semble également stabilisé à 60 µm pour le béton Témoin escalier (Figure 21).

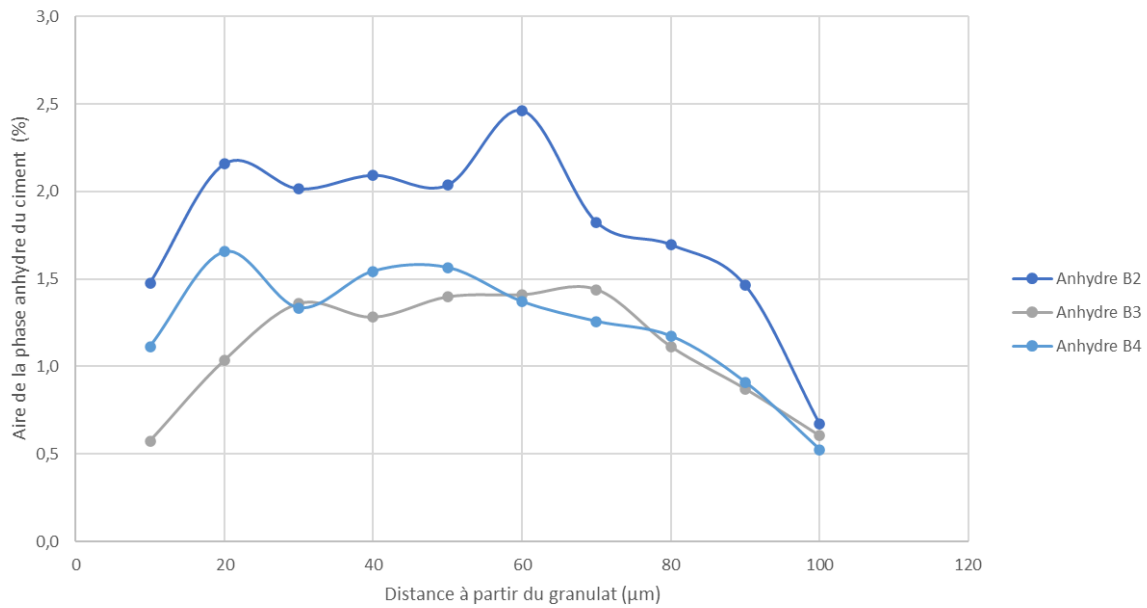


Figure 17. Aire anhydre dans la zone d'interface des granulats de béton recyclé, B2 non carbonaté, B3 carbonaté procédé 1, B4 carbonaté procédé 2

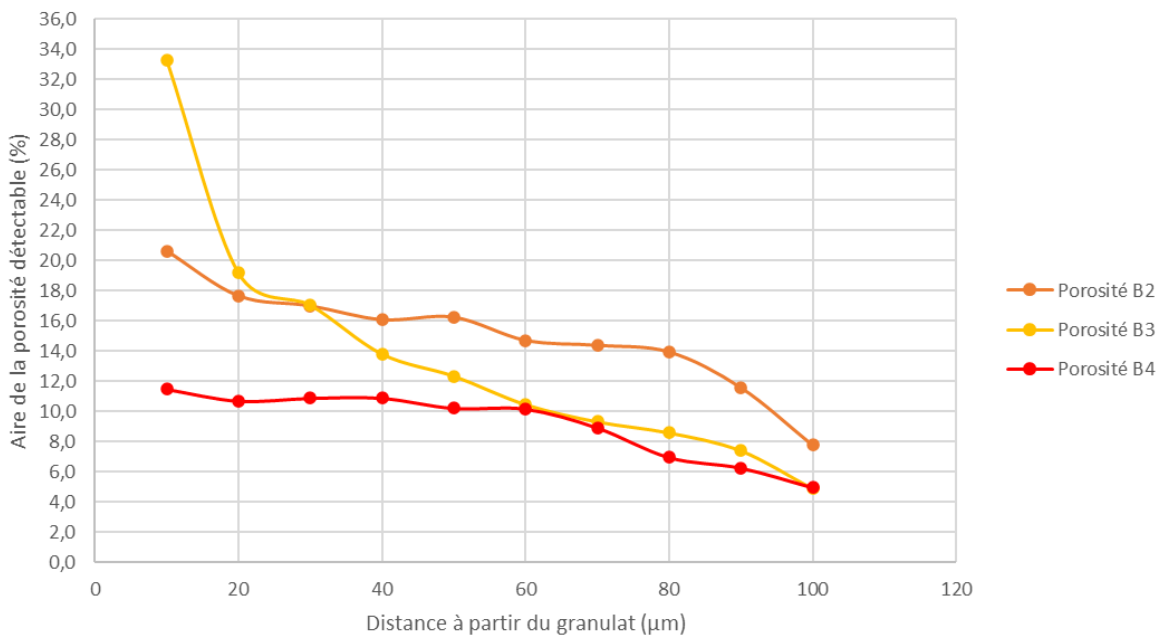


Figure 18. Porosité détectable dans la zone d'interface de transition des granulats de béton recyclé non carbonaté (B2), carbonaté procédé 1 (B3) et carbonaté procédé 2 (B4)

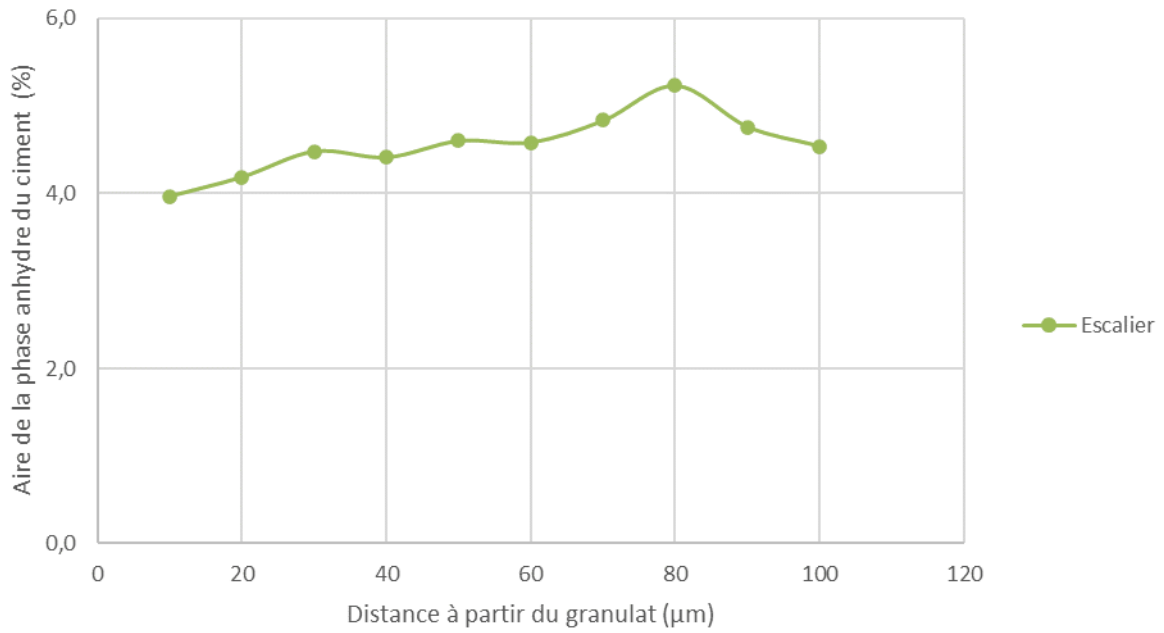


Figure 19. Aire de la phase anhydre dans la zone d'interface des granulats de béton recyclé carbonaté, formule béton escalier (ESC)

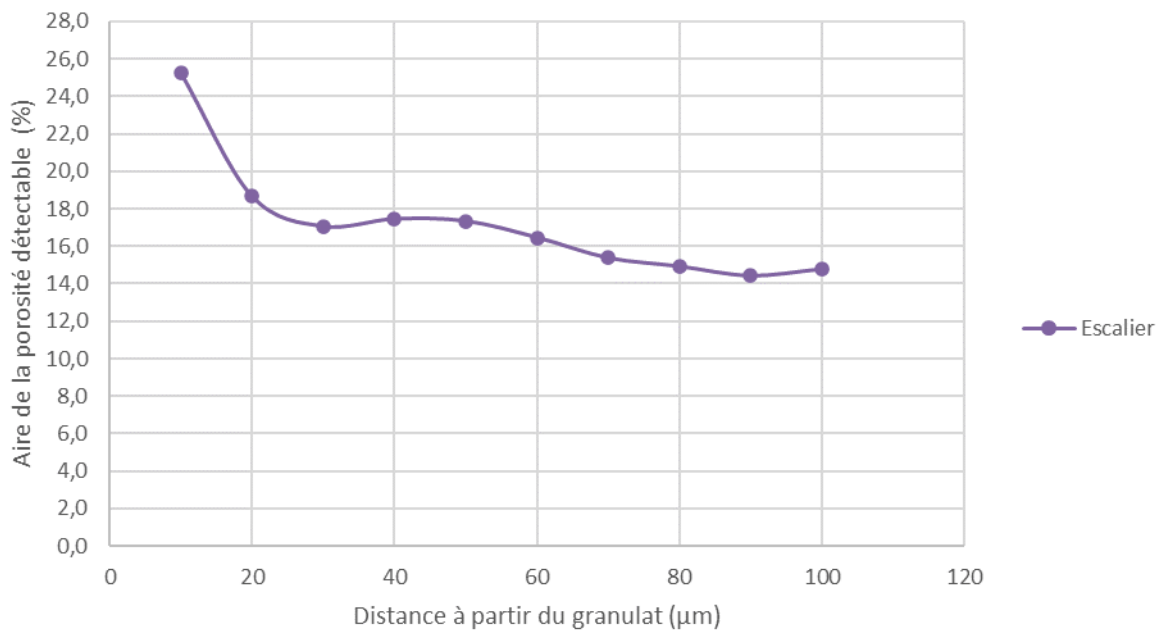


Figure 20. Porosité détectable dans la zone d'interface de transition des granulats de béton recyclé carbonaté, formule Escalier (ESC)

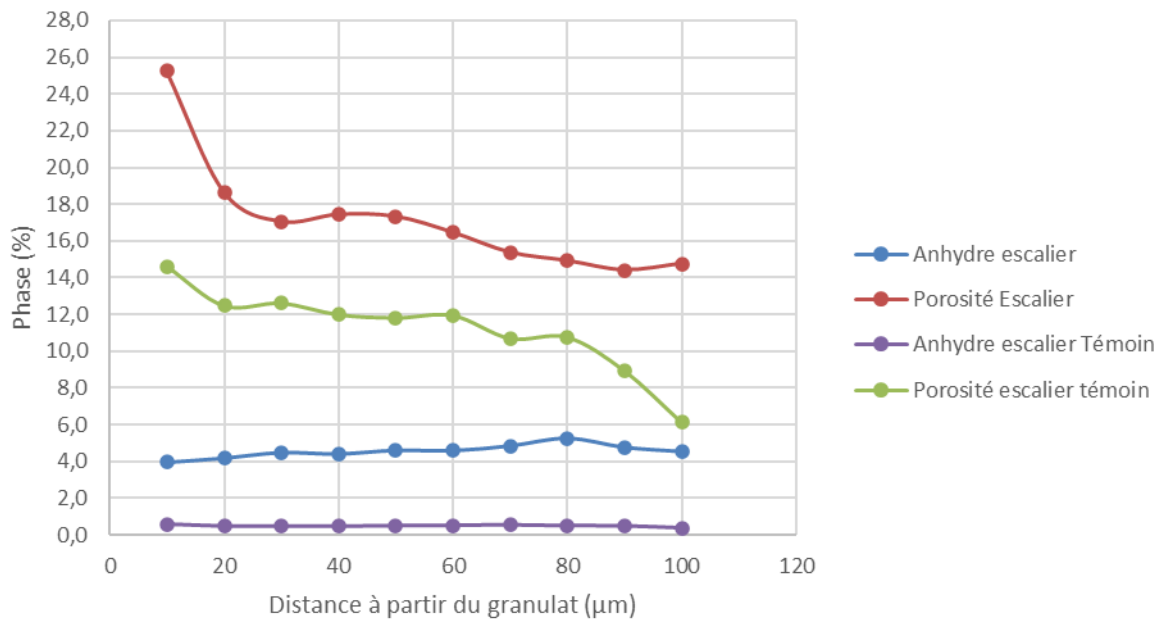


Figure 21. Répartitions des phases anhydres et de la porosité pour les formules Escalier (ESC) avec GRC et béton escalier Témoin

7 Conclusions

- ▶ L'observation des ITZ sur les voiles ne met pas en évidence de différences entre les procédés de carbonatation (Figure 17 et Figure 18).
- ▶ Le procédé de relargage de l'eau des GR semble être observé sur les bétons issus des voiles.
- ▶ La mise en place du béton ainsi que la préparation des échantillons à observer et un paramètre important pour l'analyse des résultats de ITZ.

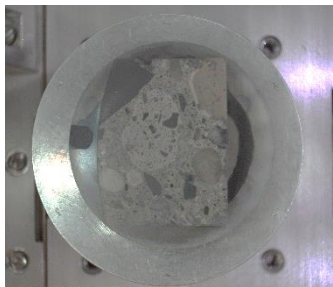
8 Bibliographie

- BENTZ D.P., et GARBOBCZI E.J., (1992). Modelling the leaching of calcium hydroxide from cement paste : effect on pore space percolation and diffusivity. *Materials and Structures*, Volume 25 pp. 73-79.
- CARE C., (2003). Influence of aggregates on chloride diffusion coefficient into mortar. *Cement and Concrete Research*, Volume 33, pp. 1021-1028.
- CORTAS, R., ROZIERE, E. et LOUKILI, A., (2010). Effet du taux de saturation des granulats sur le retrait du béton. In XXVIII^{ème} rencontres universitaires de génie civil. La Bourboule, pp. 642-651.
- DE LARRARD F. et COLINA H., (2020). *Le béton recyclé*. Ouvrages scientifiques.
- DE LARRARD F. ACKER P., et LE ROY R., (1994). Shrinkage, creep and thermal properties. *High Performance Concrete and Applications*, pp. 65-114.
- DELAGRAVE A., BIGAS J.P., OLLIVIER J.P., MARCHAND J. et PIGEON M., (1997). Influence of the interfacial zone on the chloride diffusivity of mortar. *Advance cement based material*, pp. 86-92.

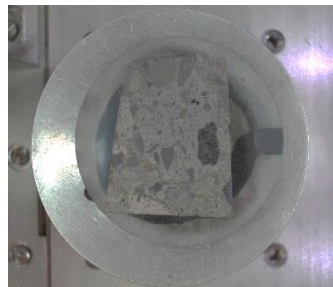
- DJERBI A., (2018). Effect of recycled coarse aggregate on the new interfacial transition zone concrete. *Construction and Building materials*, 190, pp. 1023-1033.
- HEMAVIBOOL S., (2007). *The microstructure of synthetic aggregate produced from waste materials and its influence on the properties of concrete*. Thèse de Doctorat, University of Leeds, UK.
- OLIVIER J.P., (1995). Interfacial transition zone in concrete. *Advn Cem. Bas. Mat.*, Volume 2, pp. 30-38.
- KE Y., (2008). Caractérisation du comportement mécanique des bétons de granulats légers : expérimentation et modélisation. *Thèse de Doctorat, Université de Cergy-Pontoise*.
- LE T., (2015). influence de l'humidité des granulats de béton recyclé sur le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers. *Thèse de l'université de Lille*, p. 176.
- LO T.Y. et CUI H.Z., (2004). Effect of porous lightweight aggregate on strength of concrete. *Materials Letters*, pp. 916-919.
- MALIER Y., (1992). Les bétons hautes performance : caractérisation, durabilité, applications. *Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2ème édition*, p. 673.
- MASO J.C., (1980). La liaison entre les granulats et pâte de ciment hydraté. *7ème Congrès International de Chimie des ciments. Volume 1*, pp. 3-14. Paris.
- OLIVIER J.P., M. J. (1994). *Interfacial Transition Zone in Concrete*. Toulouse: LMDC.
- PERNIN T., AMIRI, O., BEN-FRAJ A., ROBBIANO L., RANAIVOMANANA H., GEFFRAY F., GUILLOT X., PHAM G. et ROUGEAU P., (2023). Propriétés des bétons contenant des granulats de béton recyclés carbonatés.
- RANGARUJU P.R., OLEK J. et DIAMOND S., (2010). An investigation into the influence of inter-aggregate spacing and the extent of the ITZ in properties of Portland cement concretes. *Cement and Concrete Research*, pp. 1601-1608.
- SCRIVENER K.L., BENTUR A. et PRATT P.L., (1988). Quantitative Characterization of the Transition Zone in High Strength Concrete. *Advances in Cement Research*, Vol.1 (4). pp. 230-237.
- SERENG M., (2020). Amélioration des propriétés des granulats recyclés par stockage de CO₂ : étude de la faisabilité préindustrielle (thèse).
- TEGGUER A.D., SAILLIO. M.N, MAI-NHU J., SCHMITT L. et ROUGEAU P. , (2015). *Propriétés des bétons de granulats recyclés*. AFGC.
- WINSLOW D.N., COHEN M.D., BENTZ D.P., SNYDER K.A. et GARBOCZI E.J., (1993). Percolation and pore structure in mortars and concrete. *Cement and Concrete Research - Volume 24*, pp. 25-37.
- WONG H.S, HEAD M. et BUENFELD N. (2006). Pore segmentation of cement-based materials from backscattered electron images. *Cement and Concrete Research*, pp. 1083-1090.
- ZHENG J., LI C.Q. et Zhou X., (2005). Thickness of interracial transition zone and cement content profiles around aggregate. *Magazine of concrete Research*, Volume 7, pp. 397-406.
- ZITOUNI K., DJERBI A. et MEBROUKI A., (2020). Study on the microstructure of the new paste of recycled aggregate Self-compacting Concrete. *Materials*, vol 13, p. 2114.

9 Annexe 1

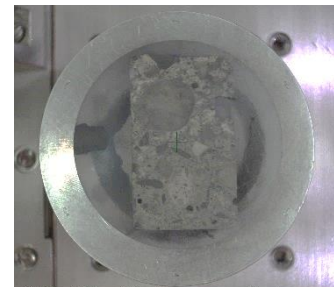
Échantillons polis et métallisés observés au MEB



1S1 = B3-1



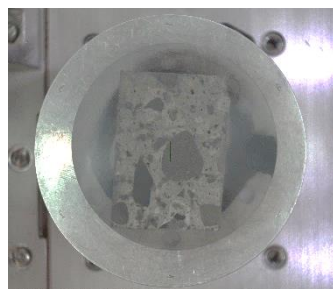
1S2= B3-2



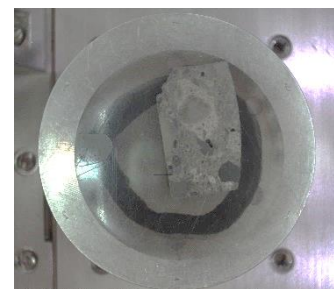
1S3= B3-3



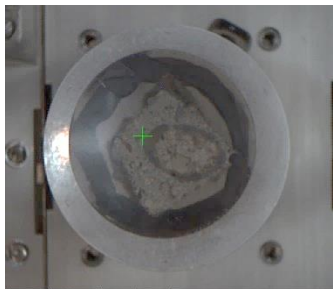
2S1= B4-1



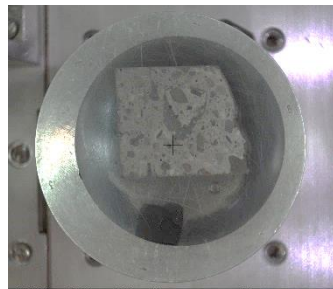
C2S2= B4-1



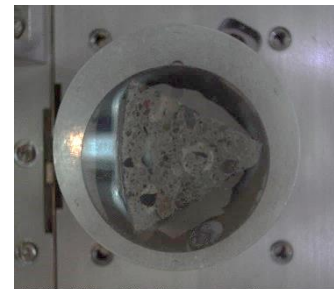
C2S3= B4-1



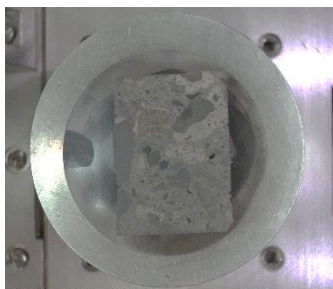
SC1



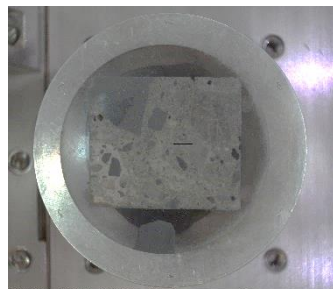
ESC2



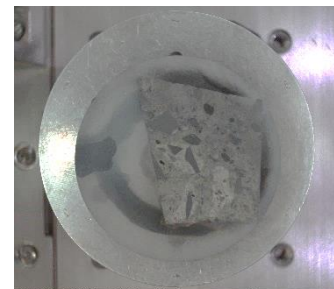
SC3



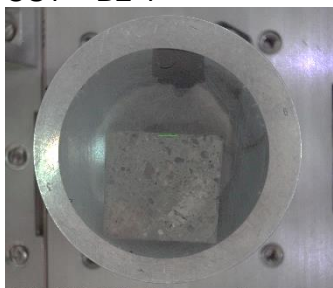
CS1 = B2-1



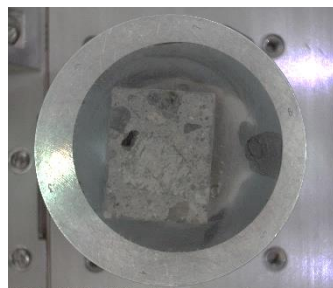
NCS2= B2-1



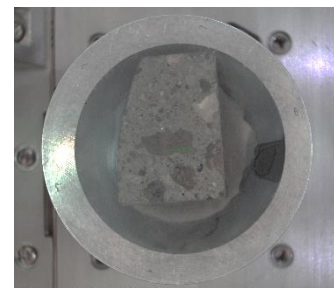
NCS3= B2-1



Témoin Escalier 1



Témoin Escalier 2



Témoin Escalier 3