# Évaluation de brasques traitées comme ajout cimentaire dans le béton

par

Nancy SACRISTAN

## MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA MAÎTRISE EN GÉNIE DE LA CONSTRUCTION M. Sc. A

# MONTRÉAL, LE 1 MARS 2019

# ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Nancy Sacristan, 2019



Cette licence <u>Creative Commons</u> signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

### **PRÉSENTATION DU JURY**

### CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ

### PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

Mme Claudiane Ouellet-Plamondon, directrice de mémoire Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

Mme Marie-Jose Nollet, présidente du jury Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Michel Vaillancourt, membre du jury Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Laurent Birry, membre du jury, examinateur externe Rio Tinto Alcan

### IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

## LE 6 FÉVRIER 2019

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

### REMERCIEMENTS

À mon arrivée au Canada, une route pleine de possibilités s'ouvrait devant moi. Le choix de la meilleure option pour mon projet de vie était donc un véritable défi. Après de nombreuses réflexions et analyses, j'ai finalement décidé de commencer mes études de maîtrise à l'ÉTS. En empruntant ce chemin, beaucoup de personnes étaient présentes avec leur immense disponibilité pour leur collaboration, leur appui et soutien. À toutes, j'adresse mes sincères remerciements.

Aujourd'hui, je tiens à remercier infiniment ma directrice de projet, Claudiane Ouellet-Plamondon, qui m'a ouvert les portes de la mise en œuvre de ce projet et qui a eu confiance en moi, son soutien et ses connaissances pour le développement de cette recherche. Merci pour sa disponibilité en tout moment et son appui technique apporté au processus.

Le développement de ce projet n'aurait pas été possible sans le soutien financier du Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) dans le cadre du programme de subvention d'engagement partenarial, ce qui m'a permis de mener à bien toutes les phases de cette recherche. Je souhaite également exprimer mes sincères remerciements à tous les membres de l'équipe technique de l'ÉTS impliqués dans les travaux de laboratoire; et particulièrement à Juan Mauricio Rios, Michael Dubois et Radu Romanica.

Merci à Gustavo, mon conjoint, qui m'a accompagnée inconditionnellement et m'a soutenu dans les moments qui ont requis toute mon attention et ma concentration dans les activités liées au projet. À mon précieux fils Joaquin, qui pendant ma grossesse apprenait avec moi et qui a été ma plus grande motivation pour réaliser de grands projets et relever des défis importants. À mes parents et à mes sœurs, qui m'ont toujours encouragée à avancer et ont été attentifs à m'accompagner émotionnellement dans ce processus.

Je remercie tout particulièrement Karina Santamaria, Walter Camacho et Victor Brial, qui m'ont beaucoup aidé aux moments clés dans le développement de ce projet.

À Dieu, qui était avec moi dans les moments les plus difficiles en me montrant toujours le chemin; et que, d'une manière ou d'une autre, il a toujours été présent à toutes les étapes de ma vie.

### Évaluation des brasques traitées comme ajout cimentaire dans le béton

Nancy SACRISTAN

### RÉSUMÉ

Le ciment est le matériau le plus utilisé dans l'industrie de la fabrication du béton et de la construction. L'utilisation d'ajouts cimentaires devient plus importante, car il contribue à la réduction des émissions de CO<sub>2</sub> en remplaçant le ciment à certains pourcentages. Plusieurs des ajouts utilisés aujourd'hui sont en fait des déchets provenant d'autres industries. Toutefois, ces déchets industriels n'ont pas une production infinie. Il est donc nécessaire de rechercher de nouveaux matériaux répondant aux exigences requises pour être utilisées comme ajouts cimentaires et en même temps réduire l'empreinte de carbone et les coûts de production dans l'industrie de la construction. Pour cette recherche, l'objectif de l'étude est centré sur la valorisation des brasques traitées par le procédé de lixiviation à bas caustique et ajout de chaux (BT-LCLL, en anglais spent pot lining by Leaching and Liming Low-Caustic process) (BT-LCLL) de l'industrie de la production primaire de l'aluminium, comme ajout cimentaire, ce qui est une démonstration de l'économie circulaire. Ce matériau, issu d'un procédé créé par la société canadienne Rio Tinto Alcan, n'a pas fait l'objet de nombreuses études. En effet, plusieurs années de recherche ont été nécessaires pour réduire la teneur en fluorures et en cyanures et rendre le BT-LCLL acceptable pour son utilisation.

Dans le cadre, de ce mémoire, différentes échelles d'évaluation ont été établies pour l'analyse de ce matériau. Au niveau de la poudre, le matériau a été analysé par la diffraction de rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), sa granulométrie et sa surface spécifique. Au niveau du mortier, l'activité pouzzolanique a été mesurée par l'indice de force d'activité. Les pâtes de ciment ont été préparées avec différents rapports eau / liant et des tests d'analyse thermogravimétrique (ATG), MEB et DRX ont été effectués aux différents jours. Les bétons ont été confectionnés et les résultats expérimentaux indiquent que les BT-LCLL constituent potentiellement un ajout cimentaire avec un taux de remplacement optimal du ciment de 10%.

La poursuite d'études approfondies sur ce produit de remplacement est nécessaire pour les futures recherches ce qui permettrait de mieux connaître le produit, afin de formuler des solutions efficaces aux problèmes liés à la production croissante de béton.

Mots-clés : ciment, brasques traitées, ajout cimentaire, béton, analyse thermogravimétrique.

### Evaluation of Treated Spent Pot Lining (SPL) as Suplementary Cementitious Material in Concrete

### Nancy SACRISTAN

### ABSTRACT

Cement is the most used material in the concrete manufacturing and construction industries. The use of supplementary cementitious materials is becoming more important as it contributes to the reduction of CO<sub>2</sub> emissions by replacing the cement in certain percentages. Many of the additions used today are waste from other industries. However, these industrial wastes do not have an infinite production. It is therefore necessary to search for new materials that meet the requirements for use as a supplementary cementitious material and at the same time obtain benefits in the reduction in the carbon footprint and in production costs in the construction industry. For this research, the objective of the study is focused on treated spent pot lining (SPL) by Low-Caustic Leaching and Liming process (BT-LCLL) from the primary aluminum industry, as supplementary cementitious materials, which is a demonstration of the circular economy. This material, derived from a process created by the Canadian company Rio Tinto Alcan, has not yet been studied extensively. Indeed, several years of research were needed to reduce the fluoride and cyanide content and make the BT-LCLL acceptable for its use.,

Various scales of evaluation have been established for the analysis of this material. At the powder level, the material was analyzed by methods such as X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), particle size and surface area. At the mortar level, the pozzolanic activity test was measured by the strength activity index (SAI). The cement pastes were prepared with different water/binder ratios and thermogravimetric analysis (TGA), SEM and XRD tests were performed. Experimental results indicate that SPL is a potentially supplementary cementitious material with an optimal cement replacement rate of 10%.

The lack of information and previous studies make it necessary to continue the in-depth studies on this replacement product. Research in this direction would provide a better understanding of the product, to formulate effective solutions to problems related to the growing production of concrete.

**Keyword**: Cement, treated spent pot lining, supplementary cementitious material, concrete, thermogravimetric analysis.

## TABLE DES MATIÈRES

INTF	RODUCTION	1
СНА	APITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	5
1.1	Le ciment Portland	5
	1.1.1 Composition chimique	7
	1.1.2 Hydratation des phases	
1.2	Ajouts cimentaires	10
	1.2.1 La réaction pouzzolanique	
1.3	Brasques traitées	16
	1.3.1 Brasques usées	
	1.3.2 Processus de traitement LCL&L, Rio Tinto Alcan	
	1.3.3 Fritte de Verre	
1.4	Le béton	19
	1.4.1 Rapport e (eau) /l (liant)	
	1.4.2 Propriétés à l'état frais	
	1.4.3 Propriétés à l'état durci	
	1.4.4 Les adjuvants dans le béton	
1.5	Analyse thermogravimétrique	24
	1.5.1 Analyse dans la pâte	
	1.5.2 Arrêt d'hydratation	
1.6	Microscopie électronique à balayage (MEB)	29
1.7	Diffraction des rayons X (DRX)	
1.8	Résumé de la revue de littérature	
СНА	APITRE 2 MÉTHODOLOGIE	
2.1	Plan expérimental	
	2.1.1 Poudre	
	2.1.2 Pâte	
	2.1.3 Mortier	
	2.1.4 Béton	
2.2	Matériaux	
	2.2.1 Ciment	
	2.2.2 BT-LCLL	
	2.2.3 Granulats	
	2.2.4 Adjuvants	
	2.2.5 Eau	39
2.3	Échantillons préparés	
	2.3.1 Poudre BT-LCLL	39
	2.3.2 Pâte	
	2.3.3 Mortier	
	2.3.4 Béton	44
2.4	Procédure expérimentale	47
	2.4.1 Caractérisation des poudres de ciment et de BT-LCLL	

	2.4.2	Caractérisation de la pâte	49
	2.4.3	Mesure sur le mortier	53
	2.4.4	Mesures sur le béton	54
	2.4.5	Résistance à la compression	56
CHAI	PITRE 3	PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS	57
3.1	Poudre	de ciment et de BT-LCLL	57
	3.1.1	Composition	57
	3.1.2	Perte au feu	60
	3.1.3	Granulométrie	61
	3.1.4	Analyse thermogravimétrique (ATG)	
	3.1.5	Diffraction des rayons X (DRX)	65
	3.1.6	Microscopie électronique à balayage (MEB) du BT-LCLL	66
3.2	Pâte		70
	3.2.1	Analyse thermogravimétrique (ATG)	70
	3.2.2	Diffraction des rayons X (DRX)	78
	3.2.3	Microscopie électronique à balayage (MEB)	80
3.3	Mortier		83
	3.3.1	Résistance à la compression	83
	3.3.2	Indice de l'activité pouzzolanique.	
3.4	Béton a	vec le BT-LCLL	85
3.5	Résumé	é de la conformité comme ajout cimentaire	90
CON	CLUSION	ν	91
RECO	OMMAN	DATIONS	97
ANN	EXE I	FIGURES ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE RATIOS E/L ET 0,48	, 0,40 99
ANN	EXE II	FICHES TECHNIQUES ADJUVANTS	103
ANN	EXE III	CALCULS DE MÉLANGES DU BÉTON	107
ANN	EXE IV	CALCUL DE LA PERTE AU FEU	113
ANN	EXE V	RÉSULTATS DES TEMPÉRATURES ET MASSES OBTENUES L'ATG POUR LES RATIOS 0,35 ET 0,45	DANS 115
ANN	EXE VI	INFORMATION OBTENUE DE L'ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE	119
ANN	EXE VII	RÉSULTATS RÉSISTANCE À LA COMPRESSION ET ÉCART T DU MORTIER Tableau-A V-8 Résistance à la compression du mo	TYPE ortier.125
ANN	EXE VIII	RÉSULTATS RÉSISTANCE À LA COMPRESSION ET ÉCART T	YPE

DU BÉTON Tableau-A VI-9 Résistance à la compression du béton ......127

## LISTE DES TABLEAUX

Page
------

Tableau 1.1 Composition du ciment Portland	7
Tableau 1.2 Les principales phases cristallines du ciment Portland	7
Tableau 1.3 Provenance et pourcentage d'utilisation	12
Tableau 1.4 Composition chimique (%) des ajouts cimentaires	15
Tableau 1.5 Plages de températures pour les zones de décomposition	25
Tableau 2.1 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle de la poudre	34
Tableau 2.2 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle de la pâte	35
Tableau 2.3 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle mortier	36
Tableau 2.4 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle béton à l'état frais	37
Tableau 2.5 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle béton à l'état durci	37
Tableau 2.6 Propriétés physiques du sable et des granulats utilisés	38
Tableau 2.7 Dosages utilisés pour les petits cylindres de pâte	40
Tableau 2.8 Dosages utilisés pour les cubes de mortiers	42
Tableau 2.9 Paramètres établis pour la formulation des bétons	44
Tableau 2.10 Mélanges de béton	45
Tableau 3.1 Composition chimique et propriétés physiques du ciment et du BT-LCLL	58
Tableau 3.2 Valeurs de masses du ciment et BT-LCLL dans l'ATG	63
Tableau 3.3 Changement de masse par analyse thermique	64
Tableau 3.4 Quantification des éléments dans le BT-LCLL	69
Tableau 3.5 Plages des températures pour les zones de décomposition	71
Tableau 3.6 Indice d'activité pouzzolanique à 7 et 28 jours	85
Tableau 3.7 Résultats d'essais en état frais	86

Tableau 3.8 Conformité du BL-LCLL comme ajout cimentaire
--

## LISTE DES FIGURES

Page

Figure 1.1 Processus de fabrication du ciment Portland
Figure 1.2 Composition chimique des ajouts cimentaires11
Figure 1.3 Introduction d'ajouts cimentaires dans la production de béton
Figure 1.4 Introduction d'ajouts cimentaires dans le processus de production du ciment14
Figure 1.5 Composants typiques d'une cellule Hall-Heroult
Figure 1.6 Brasquage (activités de construction d'une cuve)17
Figure 1.7 Débrasquage d'une cuve17
Figure 1.8 Composition du béton, en volume
Figure 1.9 Processus général de l'essai d'affaissement
Figure 1.10 Courbe dérivée DTG (axe droit) et ATG (axe gauche)25
Figure 1.11 ATG et DTG courbes à 91 jours du ciment Portland hydraté
Figure 1.12 Morphologie des produits de l'hydratation du ciment
Figure 2.1 Diagramme du plan expérimental général
Figure 2.2 Codification des échantillons
Figure 2.3 Appareil de broyage40
Figure 2.4 Moule pour la préparation des petits cylindres
Figure 2.5 Mélangeur à pales de laboratoire
Figure 2.6 Petit cylindre après démoulage
Figure 2.7 Échantillonnage et cure des cubes de mortier
Figure 2.8 Malaxeur à tambour
Figure 2.9 Moule de plastique pour la confection des cylindres de béton de 100 mm x 200 mm

Figure 2.10 Échantillonnage des cylindres de béton	47
Figure 2.11 Appareil pour mesurer la surface spécifique	48
Figure 2.12 Appareil de mesure de la granulométrie laser	49
Figure 2.13 Instrument d'analyse thermogravimétrique	50
Figure 2.14 Arrêt d'hydratation	50
Figure 2.15 Coupe de cylindres pour le MEB	51
Figure 2.16 Polissage des échantillons	52
Figure 2.17 Instrument pour métalliser les échantillons	52
Figure 2.18 Instrument pour les tests de MEB et de SDE	52
Figure 2.19 Mesure de l'affaissement avec le cône d'Abrams	54
Figure 2.20 Aéromètre pour mesurer la teneur en air dans le béton	55
Figure 2.21 Presse d'essai de résistance à la compression	56
Figure 3.1 Diagramme ternaire du système SiO <sub>2</sub> CaOAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,	60
Figure 3.2 Granulométries laser ciment et BT-LCLL avant et après broyage	61
Figure 3.3 Granulométrie laser des différents échantillons après broyage du BT-LCLL	62
Figure 3.4 Courbes ATG et DTG BT-LCLL	63
Figure 3.5 Courbes ATG et DTG ciment	63
Figure 3.6 Diffraction de rayons X du ciment anhydre	65
Figure 3.7 Diffraction de rayons X du BT-LCLL anhydre	66
Figure 3.8 Microscopie électronique au balayage du BT-LCLL	67
Figure 3.9 (a) Microscopie électronique au balayage du BT-LCLL (b) SDE carte avec couleurs	68
Figure 3.10 Analyse de spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (SDE) du BT-LCLL.	69
Figure 3.11 Délimitation des zones Ldh, Ldx et Ldc	70

Figure 3.12 Courbes ATG et DTG Ratio 0,35 à 3 jours	72
Figure 3.13 Courbes ATG et DTG Ratio 0,35 à 56 jours	72
Figure 3.14 Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 à 3 jours	73
Figure 3.15 Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 à 56 jours	73
Figure 3.16 Degrés d'hydratation (α) ratios e/l 0,35 et 0,45	75
Figure 3.17 Pourcentages du CH ratio 0,35 et 0,45 aux différents jours	75
Figure 3.18 Pourcentages du CaCO <sub>3</sub> ratio 0,35 et 0,45 aux différents jours	76
Figure 3.19 Diffraction des rayons X de l'échantillon au ratio 0,40	78
Figure 3.20 Diffraction des rayons X de l'échantillon au ratio 0,48	79
Figure 3.21 Identification de la formation de la portlandite (CH)	79
Figure 3.22 Identification des phases du ciment et du produit d'hydratation	80
Figure 3.23 Microscopie électronique à balayage ratio e/l 0,48	81
Figure 3.24 Microscopie électronique à balayage ratio e/l 0,40	82
Figure 3.25 Identification du CaCO <sub>3</sub>	82
Figure 3.26 Identification des composants d'hydratation	83
Figure 3.27 Résistances à la compression du mortier	84
Figure 3.28 Résistances à la compression du béton ratio e/l 0,40	88
Figure 3.29 Pourcentages de résistance par rapport au contrôle ratio e/l 0,40	
Figure 3.30 Résistances à la compression du béton ratio e/l 0,48	89
Figure 3.31 Pourcentages de résistance par rapport au contrôle ratio e/l 0,48	89

### LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

- ASTM American Society for Testing and Materials
- ATG Analyse thermogravimétrique
- BET Surface spécifique
- BT-LCLL Brasques traitées de l'industrie de la l'aluminium par le procédé LCL&L
- C2S Bélite ou silicate bicalcique
- C3A Célite ou aluminate tricalcique
- C3AF Ferrite ou aluminoferrite tétracalcique
- C3S Alite ou silicate tricalcique
- CBP Sous-produit carboné (carbonated by-product)
- CH Portlandite ou hydroxyde de calcium
- CSA Association canadienne de normalisation
- CSH Silicate de calcium hydraté (en anglais calcium silicate hydrate)
- DTG Dérivée de l'analyse thermogravimétrique
- DRX Diffraction de rayons X
- ÉTS École de technologie supérieure
- E/L Rapport eau/liant
- FBP Sous-produit de fluorure
- GU Ciment d'usage général
- HI-STAR Détecteur bidimensionnel à gaz Xe/méthane
- HR Humidité relative
- LCL&L Procédé de lixiviation à bas caustique et ajout de chaux (Low-caustic Leaching and Liming process, en anglais)

MEB	Microscopie électronique à balayage
SAI	Indice d'activité pouzzolanique (Strength Activity Index)
SDE	Spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie
SPL	Spent pot lining (en français brasques usées)
UdM	Université de Montréal
UQAM	Université de Québec à Montréal

# LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

# Alphabet grec minuscule

α	Alpha (degré d'hydratation)
μm	Micromètre
θ	Thêta
σj	Résistance à la compression maximum
Alphabet ron	nain minuscule
cm <sup>3</sup>	Centimètre cube
f'c	Résistance à la compression spécifiée
g	Gramme
kg	Kilogramme
kt	Kilotonne
1	Litre
min	Minute
mg	Milligramme
ml	Millilitre
mm	Millimètre
mm <sup>2</sup>	Millimètre carré
m <sup>3</sup>	Mètre cube
nm	Nanomètre
rpm	Révolutions par minute
t	Tonne
wt	Masse relative

## Alphabet romain majuscule

А	Résistance moyenne à la compression	
Ab	Surface comprimée	
F	Force de compression maximum	
GJ	Gigajoule	
Ldh	Changement de masse pour la déshydratation	
Ldx	Changement de masse pour la deshydroxylation	
Ldc	Changement de masse pour la décarbonatation	
MPa	Mégapascal	
Ν	Newton	
Wb	Eau liée chimiquement	

#### **INTRODUCTION**

#### 1. Mise en contexte

Le ciment est un des matériaux les plus utilisés dans le secteur de la construction pour la production du béton. L'augmentation de la production annuelle du ciment est de 4 millions de tonnes par année. La production du ciment présente une problématique environnementale et économique. En effet, cette production implique une grande consommation d'énergie et des émissions de CO<sub>2</sub> importantes (Schneider, Romer, Tschudin, & Bolio, 2011). L'industrie du ciment génère entre 5 % et 8 % des émissions de CO<sub>2</sub> dans le monde (Kajaste & Hurme, 2016). Des statistiques montrent la croissance des émissions produites pour l'industrie du ciment des années 1960(Le Quéré et al., 2015). À cet égard, la recherche des ajouts cimentaires permet la diminution de consommation du ciment dans la production du béton. Ils apportent une réduction de l'émission de CO<sub>2</sub> et un impact positif sur la performance du béton. Les ajouts cimentaires sont souvent des sous-produits de procédés industriels. Leur utilisation judicieuse est souhaitable non seulement du point de vue de la conservation de l'environnement et de l'énergie, mais aussi en raison des avantages que ces matériaux peuvent offrir au béton. Parmi les ajouts cimentaires les plus utilisés, on trouve le laitier de haut fourneau, un sous-produit de l'industrie sidérurgique, les cendres volantes provenant de la combustion du charbon et la fumée de silice, un sous-produit de la métallurgie et de la production de silicium.

En 2008, le Canada réduit 1,4 million de tonnes des émissions de CO<sub>2</sub> grâce à l'utilisation d'ajouts cimentaires (Asociation Canadienne du Ciment, 2017). Aujourd'hui, au Canada, les ajouts cimentaires les plus utilisés et standardisés sont les cendres volantes, les laitiers de haut fourneau et les fumées de silice. Le gouvernement canadien a décidé de fermer progressivement d'ici à 2030 les centrales électriques au charbon, principales productrices des cendre volante (Environnement et Changement climatique Canada, 2016). Bien qu'il existe différentes sources de matériaux qui peuvent être exploitées pendant quelques décennies, elles ne sont pas infinies. De sorte que l'importance de la recherche de nouveaux matériaux disponibles qui permettent non seulement une réduction de la consommation de ciment, mais

aussi le recyclage de déchets d'autres industries donc la réduction de l'empreinte environnementale, devient plus pertinente.

Par ailleurs, une porte s'ouvre pour valoriser les brasques traitées de la production d'aluminium primaire. Le Canada est le 4<sup>e</sup> producteur mondial d'aluminium et la province de Québec produit environ 90 % de la production canadienne annuelle, soit 2,8 millions de tonnes en 2015 (Gouvernement du Québec, 2016). Les brasques usées sont des déchets industriels toxiques. Pourtant, il est essentiel de trouver des procédés pour les traiter. Avec une production de 20 kt de brasques par année, Rio Tinto Alcan est un des grands producteurs d'aluminium au Canada, et a ouvert en 2008 une usine de traitement des brasques usées. Grâce à un procédé appelé Low-Caustic Leaching and Liming (LCL&L) (en français connu comme lixiviation à bas caustique et ajout de chaux), il est possible d'obtenir de la partie réfractaire des brasques usées un matériau inerte qui pourrait être valorisé comme ajout cimentaire. Les brasques traitées portent présentement le nom à l'interne de LCLL ash, bien que ce ne soit pas une cendre. Ainsi, aux fins de ce mémoire, un nom plus approprié serait celui de brasques traitées par le procédé LCLL (BT-LCLL)

Au Canada, une étude a été réalisée sur les brasques usées traitées. C'est le cas du matériau appelé fritte de verre (glass frit en anglais). La fritte de verre est le résultat d'un processus pyrométallurgique réalisé sur les brasques usées. L'étude faite à l'université de Sherbrooke montre des résultats prometteurs comme ajout cimentaire du produit fritte de verre. L'étude montre l'activation de la fritte de verre à partir d'activateurs inorganiques et à différentes températures. Des essais comme la détermination de l'activité pouzzolanique, la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à balayage et la résistance à la compression ont été réalisés (Fares, 2008).

Ainsi, avec le procédé LCLL et la réduction des émissions de CO<sub>2</sub>, il serait également possible d'aboutir à la fin du cycle de vie de la production d'aluminium en donnant une utilisation adéquate des déchets de production d'aluminium. C'est pourquoi des organisations telles que l'Aluminium Stewardship Initiative ont été créées afin de prendre en compte tous les acteurs impliqués dans le processus de production d'aluminium. L'un des principaux objectifs de cette association est précisément de définir des réglementations et de promouvoir des améliorations applicables au cycle de vie de l'aluminium issu de l'extraction, de sa production, de son utilisation et de son recyclage (Aluminium Stewardship Initiative, 2018). Compte tenu de ce contexte, l'objet de cette recherche est l'évaluation du matériau inerte provenant de la partie réfractaire des brasques traitées par le procédé LCLL comme ajout cimentaire au béton.

### 2. Objectifs

Le principal but de ce mémoire est d'évaluer les BT-LCLL afin de valoriser sa potentielle utilisation comme ajout cimentaire dans le béton.

Afin d'y parvenir, les objectifs spécifiques suivants ont été définis :

- 1) Caractériser chimiquement et physiquement le matériau;
- 2) Évaluer l'activité pouzzolanique du matériau;
- Évaluer l'impact du BT-LCLL dans le degré d'hydratation des pâtes dans le temps jusqu'à 56 jours;
- 4) Évaluer l'influence des BT-LCLL dans les propriétés du béton à l'état frais et durci.

### 3. Plan du mémoire

Le mémoire est divisé en trois chapitres. Le chapitre 1 regroupe l'état de l'art des matériaux cimentaires en incluant le ciment, des ajouts cimentaires les plus utilisés, le matériau objet de cette recherche, du béton et des connaissances actuelles sur les procédures d'analyse des matériaux. Le chapitre 2 décrit le programme expérimental (méthodologie) et les matériaux utilisés dans ce projet. Le chapitre 3 présente les résultats et leur analyse. Finalement, une exposition des conclusions et des recommandations résume la contribution générale du projet.

### 4. Contribution originale

À ce jour, l'état de l'art sur l'utilisation dans le béton des matériaux qui proviennent de brasques traitées de l'industrie de l'aluminium est très limité. Cette recherche est un début pour la valorisation du BT-LCLL et elle permettra de faire l'évaluation du comportement de BT-LCLL dans la matrice de la pâte et dans le béton. Ce mémoire permet aussi de mettre en évidence les prochaines étapes de recherche et les facteurs expérimentaux à mieux contrôler.

### **CHAPITRE 1**

### **REVUE DE LITTÉRATURE**

Ce chapitre présente les matériaux utilisés dans la fabrication du béton entre les sections 1.1 et 1.4 et les méthodes d'analyse entre les sections 1.5 et 1.8. La section des matériaux présente, la composition du ciment Portland et ses caractéristiques principales, les principaux ajouts cimentaires utilisés au Canada, les brasques traitées et le béton. Le chapitre se termine par une brève description des méthodes d'analyse à réaliser et leur connexion avec les matériaux utilisés dans cette recherche.

### 1.1 Le ciment Portland

Le ciment Portland est un liant hydraulique. Quand il entre en contact avec de l'eau, une réaction chimique se produit et le mélange durcit. La production du ciment Portland (figure 1.1) se fait à partir de différentes matières premières comme le calcaire (CaCO<sub>3</sub>), le schiste, l'argile et le minéral de fer. Ces matières premières sont concassées, pulvérisées, mélangées et calcinées dans un four entre 1400°C et 1600°C, ce qui produit le clinker. Ensuite, une addition de gypse se fait au clinker et les matériaux sont pulvérisés pour obtenir une poudre fine (Association canadienne du ciment Portland, 2004). Selon les différents paramètres de fabrication, il est possible d'obtenir différents types du ciment. Plus le ciment est fin, plus il est résistant.

Différentes réactions se produisent à différentes températures tout au long du processus de production du ciment. Ces étapes sont présentées ci-dessous (Ramachandran, Paroli, Beaudoin, & Delgado, 2002) :

- Le séchage (100 °C) : l'évaporation de l'eau libre se produit;
- Le préchauffage (100 750 °C) : l'eau liée à l'argile est libérée;
- La calcination (750 1000 °C) : le carbonate de calcium est dissocié;

- La combustion (1000 1450 °C) : une fusion partielle du mélange avec la formation de C3S, de C2S et de clinker;
- Le refroidissement (1450 1300 °C) : la cristallisation de la matière fondue se produit avec la formation d'aluminate de calcium (C<sub>3</sub>A) et d'aluminoferrite de calcium (C<sub>3</sub>AF);
- Le refroidissement rapide produit aussi l'état amorphe.



Figure 1.1 Processus de fabrication du ciment Portland Tirée de Baroghel-Bouny (1994)

### 1.1.1 Composition chimique

Les composants chimiques du ciment sont principalement les oxydes CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO et SO<sub>3</sub>. Les tableaux 1.1 et 1.2 (Aïtcin, 2008) montrent la quantité de chaque oxyde et les principales phases cristallines trouvées dans un ciment Portland, respectivement. Les composants des différentes phases sont exprimés sous la forme de leurs oxydes. Par exemple, le silicate tricalcique (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>) est écrit sous la forme 3CaOSiO<sub>2</sub> (Tokyay, 2016). Les données peuvent varier selon la provenance du ciment.

Oxydes	Nomenclature	Valeur maximale (%)	Moyenne (%)
CaO	С	60-69	65
SiO <sub>2</sub>	S	18-24	21
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	А	4-8	6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	F	1-8	3
MgO	М	<5	2
$K_2O$ , $Na_2O$	K,N	<2	1
SO <sub>3</sub>	Ī	<2	1

Tableau 1.1 Composition du ciment Portland Tiré d'Aïtcin (2008)

Tableau 1.2 Les principales phases cristallines du ciment Portland Tiré d'Aïtcin (2008)

Phase	Nom	Notation abrégée	Concentration
3CaO.SiO <sub>2</sub>	Silicate tricalcique (Alite)	C <sub>3</sub> S	50-70 %
2CaO.SiO <sub>2</sub>	Silicate bicalcique (Bélite)	$C_2S$	15-30 %
3CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aluminate tricalcique (Célite)	C <sub>3</sub> A	5-10 %
4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aluminoferrite tétracalcique	C4AF	5-15 %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	(Ferrite)		

Les composants de ces phases sont créés pendant le processus de production du ciment. L'alite (C<sub>3</sub>S) constitue entre le 50 % et 70 % du ciment Portland (Taylor, 1997). L'alite contribue principalement à la prise de la résistance initiale, quand elle entre en contact avec de l'eau. La bélite (C<sub>2</sub>S) représente entre 20 % et 25 % du ciment Portland (Baroghel-Bouny, 1994). En contact avec l'eau, la bélite contribue à la résistances au-delà d'une semaine (Kosmatka, Kerkhoff, Panarese, MacLeod, & McGrath, 2011). La célite (C<sub>3</sub>A) constitue entre 8 % et 12 % du ciment Portland (Baroghel-Bouny, 1994). La célite contribue à la résistance initiale dans les 24 heures, car la réaction au contact de l'eau est très rapide. La ferrite (C<sub>4</sub>AF) constitue entre 8 % et 10 % du ciment Portland (Baroghel-Bouny, 1994). La ferrite s'hydrate rapidement en contact avec de l'eau, mais pas autant que la célite et elle contribue peu à la résistance (Kosmatka et al., 2011).

### **1.1.2** Hydratation des phases

Comprendre comment se produisent les différentes réactions chimiques dans l'hydratation du ciment est un défi. Dans le cas des composés de silicate de calcium (Alite (C<sub>3</sub>S) et Bélite (C<sub>2</sub>S)), le processus d'hydratation est le même. La seule différence entre ces phases est la quantité générée d'hydroxyde de calcium, Ca(OH)<sub>2</sub> avec la notation abrégée de CH (appelé aussi portlandite). Le résultat principal est le gel CSH, un silicate de calcium hydraté très complexe (Association canadienne du ciment Portland, 2004). Plusieurs auteurs ont écrit sur le gel CSH sans arriver à une définition commune de la morphologie (Aïtcin, 2008; Bullard et al., 2011; Marchon & Flatt, 2016; Ramezanianpour, 2014; Scrivener, Juilland, & Monteiro, 2015). Le CSH est le responsable du développement de la résistance du ciment.

Le résultat de l'hydratation du C<sub>3</sub>S et C<sub>2</sub>S se décrit par les réactions des équations 1.1 et 1.2 :

$$2 C_3 S + 6 H \to C_3 S_2 H_3 + 3 CH \tag{1.1}$$

$$2 C_2 S + 4 H \rightarrow C_3 S_2 H_3 + CH$$
 (1.2)

Dans le cas du C<sub>3</sub>A, quand il entre en contact avec l'eau, la réaction est très rapide (Aïtcin, 2008) et donne lieu à la formation de l'aluminate de tétracalcique hydrate. Afin de contrôler l'hydratation de la phase C<sub>3</sub>A, du sulfate de calcium dihydrate (gypse) est ajouté (Association canadienne du ciment Portland, 2004). Le gypse réagit avec le C<sub>3</sub>A formant comme produit l'ettringite (Aïtcin, 2008). La réaction est définie par l'équation 1.3.

$$C_3A + 3C\bar{S}H_2 + 26H \rightarrow C_6A\bar{S}H_{32} \tag{1.3}$$

#### 1.1.2.1 Gel CSH

Le gel CSH est le produit de l'hydratation des phases (alite et bélite) le plus important puisqu'il est le principal responsable de l'apport de résistance. Il constitue 50 à 60 % du volume solide de la pâte formée après l'hydratation. C'est un composé amorphe, résultant de l'hydratation de l'alite et de la bélite (Taylor-Lange, Lamon, Riding, & Juenger, 2015). La structure du gel CSH est très complexe et différents modèles ont été proposés pour son étude. Dans les différents modèles, le gel de CSH est considéré comme une structure désordonnée composée de couches de tobermorite. Ces couches, à leur tour, se composent de feuilles de silicates disposés par l'union des tétraèdres. La composition du gel CSH dépend principalement de facteurs comme le temps d'hydratation, les ajouts mis dans le ciment et la température (Aïtcin, 2008).

#### 1.1.2.2 La portlandite (CH)

La portlandite est aussi un produit qui résulte de l'hydratation des phases alite et bélite. Elle occupe environ 20 à 25 % du volume solide de la pâte après l'hydratation. Elle n'ajoute pas de valeur significative aux propriétés mécaniques du ciment, car la résistance de ses liaisons est faible (Mindess, Young, & Darwin, 1981). De la portlandite, certains de ses cristaux subissent un processus de carbonatation, qui génère des cristaux de calcite (CaCO<sub>3</sub>) pouvant agir en tant que couche protectrice de la pâte. Dans sa grande majorité, la portlandite est un cristal bien défini et la taille de ses cristaux peut varier en fonction du rapport eau-ciment. Il présente une

morphologie laminaire hexagonale aux premiers jours et des formes prismatiques aux âges avancés (Aïtcin & Flatt, 2015).

### 1.2 Ajouts cimentaires

Le rôle joué par des ajouts cimentaires est très important dans la production de béton aujourd'hui. Leur utilisation permet d'importantes réductions de la consommation de ciment dans l'industrie de la construction ce qui permet une diminution d'émissions de CO<sub>2</sub>. La performance de ces matériaux contribue aussi à l'amélioration des propriétés mécaniques et de la durabilité du béton. (Association canadienne du ciment Portland, 2004).

L'ASTM C125 (2016) donne la définition suivante pour l'ajout cimentaire : c'est « un matériau inorganique qui contribue aux propriétés d'un mélange de ciment à l'aide d'une activité hydraulique ou pouzzolanique, ou les deux. » (American Society for Testing and Materials, 2016a, p. 3). Aïtcin (2008) classe les ajouts cimentaires en trois groupes principaux : les laitiers de haut fourneau, les pouzzolanes (naturelles ou artificielles) et les fillers.

Différents types d'ajouts sont utilisés et ils sont bien connus dans l'industrie, comme la cendre volante (fly ash), et la fumée de silice (silica fume) qui sont des pouzzolanes artificielles, le laitier de haut fourneau (slag) et les pouzzolanes naturelles (natural pozzolans). La figure 1.2 montre une distribution générale des ajouts cimentaires en tenant compte de leurs caractéristiques chimiques dans un diagramme ternaire avec les composants CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (B Lothenbach, Scrivener, & Hooton, 2011). Les tableaux 1.3 et 1.4 montrent en bref l'information de différents ajouts cimentaires les plus connus.

Les ajouts cimentaires permettent non seulement de réduire le contenu en CH, mais le remplacent par du gel CSH et d'autres produits hydratés. Ces produits présentent une grande efficacité de remplissage des vides capillaires, ce qui conduit à des améliorations de la résistance (Tokyay, 2016; Tórrez-Rivas, Gaitán-Arévalo, Pérez, & García, 2014).



Figure 1.2 Composition chimique des ajouts cimentaires Tirée de B Lothenbach et al. (2011)

Au Canada, l'évaluation de la conformité des ajouts cimentaires est fait selon les normes CSA-A3001-03 (Association Canadienne de normalisation, 2003a) et l'ASTMC618 (American Society for Testing and Materials, 2017b). L'évaluation de la perte au feu pour les pouzzolanes naturelles est de 10% maximum selon les deux normes. En plus, la norme ASTMC618 considère que la somme de la teneur en SiO<sub>2</sub>, en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et en Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> doit être est supérieure à 70%.

Tableau 1.3 Provenance et pourcentage d'utilisation Tiré de (Association canadienne du ciment Portland, 2004)

AJOUT	PROVENANCE ET POURCENTAGE	РНОТО
CIMENTAIRE	D'UTILISATION	
Laitier de haut	Sous-produit de la fabrication de la fonte brute.	
fourneau	Utilisé normalement à un dosage de 30 % à 45 %	
Cendre volante	Sous-produit de la combustion du charbon dans la	
classe F et	production d'énergie	ALC: NO.
classe C	Classe F utilisée à un dosage de 15 % à 20 % de	
	la masse du ciment	
	Classe C utilisée à un dosage de 15 % de la masse	A P
	du ciment	
Fumée de silice	Sous-produit de la fabrication de silicium ou	
	d'alliages de ferrosilicium	
	Le pourcentage d'utilisation ne peut pas excéder	
	10 % de la masse totale des matériaux	
	cimentaires	
Pouzzolanes	Roche naturelle de composition silico-	
naturelles	alumineuse généralement d'origine volcanique et	
	aussi d'origine sédimentaire. L'argile calcinée est	Police -
	utilisée normalement à un dosage de 15 % à 35 %	State The
	de la masse du ciment	LA YAC
	Le schiste calciné est utilisé normalement à un	
	dosage de 5 % à 10 % de la masse du ciment	
Deux options sont couramment utilisées pour inclure les ajouts cimentaires dans le béton. Une des options est de les introduire directement dans le processus de production du ciment, après le refroidissement dans la zone de pouzzolanes (figure 1.4). L'autre option consiste à les introduire directement dans la production de béton en remplacement d'une partie du ciment (figure 1.3). Pour ce projet, les BT-LCLL sont intégrés au processus de production du béton. Dans le cas de l'addition des ajouts cimentaires dans le ciment, le processus est beaucoup plus complexe compte tenu des conditions mêmes du processus de production du ciment.



Figure 1.3 Introduction d'ajouts cimentaires dans la production de béton



Figure 1.4 Introduction d'ajouts cimentaires dans le processus de production du ciment Tiré de Holcim (2019)

	Cendre	Cendre	Laitier	Fumée de	Argile	Schiste
Oxydes (%)	volante	volante	hrová	siliaa		ooloiná
	classe F	classe C	broye	since	carcinee	calcine
SiO <sub>2</sub>	52	35	35	90	58	50
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	23	18	12	0,4	29	20
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11	6	1	0,4	4	8
CaO	5	21	40	1,6	1	8
SO <sub>3</sub>	0,8	4,1	9	0,4	0,5	0,4
Na <sub>2</sub> O	1,0	5,8	0,3	0,5	0,2	-
K <sub>2</sub> O	2,0	0,7	0,4	2,2	2	-
Alcalis Na <sub>2</sub> O eq	2,2	6,3	0,6	1,9	1,5	-
Perte au feu	2,8	0,5	1,0	3,0	1,5	3,0
Somme						
SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	86	59	48	90,8	91	78
ASTMC618						

Tableau 1.4 Composition chimique (%) des ajouts cimentaires Tiré de (Association canadienne du ciment Portland, 2004)

# 1.2.1 La réaction pouzzolanique

Le principal composant des ajouts est la silice amorphe et il réagit avec l'hydroxyde de calcium formé après le processus d'hydratation du ciment. L'évaluation de la consommation de l'hydroxyde de calcium (portlandite) dans le temps permet d'identifier s'il existe une réaction pouzzolanique. Quand la réaction pouzzolanique est lente (au point de vue cinétique), son analyse doit être faite sur de longues périodes et en s'assurant que les conditions de cure permettent d'atteindre le potentiel maximum du matériau à évaluer (Mindess et al., 1981). La réaction est définie par l'équation 1.4.

$$SiO_{2(amorphe)} + CH \rightarrow CSH$$
 (1.4)

#### **1.3 Brasques traitées**

L'aluminium est produit à partir de l'alumine dans un processus appelé Hall-Heroult. L'alumine suit un processus de dissolution dans un bain fluoré d'électrolyses à une température de 950°C. Ce processus est fait dans une cuve en acier doublée de briques réfractaires et de cathodes en carbone (figure 1.5) (Birry, Leclerc, & Poirier, 2016b; Samec, Mikša, & Kokalj, 2004). En raison du stress thermomécanique généré dans la cuve, chaque cuve a une vie utile entre 5 à 8 ans (Birry et al., 2016b). Les activités de construction de la cuve sont connues comme le brasquage (figure1.6). Après la vie utile des cuves, un processus de déconstruction du revêtement de la cuve connu comme débrasquage est effectué (figure 1.7) (Bureau d'audiences publiques sur l'environnement, 2016)



Figure 1.5 Composants typiques d'une cellule Hall-Heroult Tirée de Bureau d'audiences publiques sur l'environnement (2016)



Figure 1.6 Brasquage (activités de construction d'une cuve) Tiré de Bureau d'audiences publiques sur l'environnement (2016)



Figure 1.7 Débrasquage d'une cuve Tiré de Bureau d'audiences publiques sur l'environnement (2016)

# 1.3.1 Brasques usées

Le nom de brasques usées est donné au matériau provenant de débrasquage des cuves. Autour de 22 kg de brasques usées sont produits par tonne d'aluminium selon les conditions de chaque

usine (Holywell & Breault, 2013). En raison de la quantité de composants toxiques comme des cyanures et fluorures contenus dans les brasques et du fait qu'elles sont réactives, générant des gaz explosifs au contact de l'eau, les brasques usées sont considérées comme des matériaux dangereux. Ainsi, la disposition de ce matériau exige le respect des réglementations (Birry et al., 2016b).

Les études réalisées sur les brasques usées pour son utilisation comme ajout cimentaire sont peu nombreuses. Au Canada, il existe une étude de cas sur l'utilisation des brasques usées qui ont été traitées pour les utiliser comme matériau cimentaire supplémentaire. Le matériau appelé fritte de verre reçoit un traitement pour activer son potentiel pouzzolanique (Fares, 2008).

### 1.3.2 Processus de traitement LCL&L, Rio Tinto Alcan

L'entreprise Rio Tinto Alcan a construit une usine de traitement des brasques usées en 2008. Le processus utilisé pour ce traitement est appelé *low-caustic Leaching and Liming process* (en français lixiviation à bas caustique et ajout de chaux) (LCL&L). Ce processus permet de produire un matériau inerte à partir de brasques. Il permet de traiter 80 kt de brasques générées et entreposées annuellement (Birry et al., 2016b).

Pour le traitement des brasques, le processus de LCL & L est divisé en deux secteurs (sec et humide). Dans le secteur sec, les processus de déchargement, la manutention et le stockage sont faits. Ainsi que le broyage pour de particules inférieures à 300 µm. Dans le secteur humide, un processus de lixiviation sur les brasques usées est réalisé à partir de différents lavages. D'abord, c'est fait avec de l'eau afin de faire l'extraction des fluorures et une bonne partie des cyanures. Ensuite, pour éliminer les restes de fluorures et de cyanure, on procède à une lixiviation caustique. Après la lixiviation, trois sous-produits sont générés par le processus LCL&L. Un sous-produit carboné (CBP) résulte du processus de filtrage. Un sous-produit de fluorure (FBP) sous forme de NaF ou de CaF<sub>2</sub>. Le NaF résulte de la précipitation de fluorure de sodium pendant l'élimination des composants de cyanures. Le NaF suit un processus de filtrage et le NaF restant se dissout à nouveau dans l'eau avec de la chaux produisant le fluorure

de calcium inerte (CaF<sub>2</sub>) et une solution peu caustique. Finalement, cette dernière solution produit une solution caustique concentrée qui résulte de l'évaporation de la matière en excès d'une dernière lixiviation à la solution peu caustique.

Le CBP est classifié en deux types, première coupe et deuxième coupe. Le CBP a une nature mixte, car il est composé de 30 % à 40 % du carbone et entre 60 % et 70 % de matériaux inertes (SiO<sub>2</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Rio Tinto a fait la séparation du CBP, dans la première coupe, le CBP est enrichi en carbone et dans la deuxième coupe le CBP est enrichi en réfractaire. Le CBP enrichi en carbone peut être utilisé comme carburant, car son contenu énergétique est d'environ 13 GJ/t (Birry, Leclerc, & Poirier, 2016a). Le CBP enrichi en réfractaire peut être valorisé comme ajout cimentaire. Ce dernier est le matériau utilisé dans ce projet.

### **1.3.3** Fritte de Verre

La fritte de verre provient d'un traitement thermique donné aux brasques usées. Au cours de ce traitement thermique, les brasques usées sont mélangées avec des composés de silicate et de carbone à des températures élevées, puis le traitement est poursuivi avec un processus de filtration et enfin un processus de refroidissement du matériau (Fares, 2008). L'université de Sherbrooke a fait l'évaluation de ce matériau.

#### 1.4 Le béton

Le béton est un mélange de différents constituants : de l'eau, des liants (ciment portland et ajouts cimentaires) et des granulats (gros et fins). Le mélange d'eau et des liants constitue la pâte. La pâte contient environ 3 % d'air naturellement entraîné en volume. La pâte agit comme un liant et comme un lubrifiant des granulats. Lorsque la pâte durcit avec les granulats, elle contribue à fournir la résistance mécanique au béton. L'utilisation d'adjuvants est devenue plus fréquente lorsqu'on cherche l'amélioration de certaines caractéristiques du béton et permet la réduction des coûts (Kosmatka et al., 2011). La figure 1.8 montre la composition générale du béton en volume avec des pourcentages approximatifs. La qualité du béton dépend de plusieurs

facteurs tels que : la qualité de la pâte, la qualité des granulats, la quantité d'eau utilisée dans le mélange, les méthodes de consolidation utilisées, la cure du béton et la teneur en air, parmi d'autres facteurs importants.



Figure 1.8 Composition du béton, en volume

# 1.4.1 Rapport e (eau) /l (liant)

Le rapport eau/ciment est défini comme la quantité d'eau en masse sur la quantité de liant en masse. Ce facteur a une influence sur différentes propriétés du béton telles que la résistance, la perméabilité et la durabilité (Aïtcin & Flatt, 2015). L'importance du rapport eau / ciment réside dans l'espace qui existe entre les particules de ciment. Lorsque le rapport eau / ciment est faible, il y a plus de particules de ciment à proximité que lorsque le rapport eau / ciment est élevé. En trouvant les particules plus proches, elles peuvent s'hydrater plus rapidement et former entre elles des liens solides, réduisant ainsi la porosité du mélange (Bentz & Aitcin, 2008). Le rapport e/l doit être choisi en fonction de la résistance à la compression. Dans la mesure que la quantité d'eau augmente, il augmente la fluidité du mélange et, par conséquence, sa maniabilité et sa plasticité. Cependant, la résistance à la compression commence également à diminuer en raison de l'augmentation d'espaces crées par l'eau libre (Kosmatka et al., 2011).

# 1.4.2 Propriétés à l'état frais

La résistance à la compression est souvent la propriété qui a le plus d'importance dans le béton. Cependant, il ne faut pas oublier qu'il existe certaines propriétés à l'état frais. Le contrôle de ces propriétés garantit une meilleure performance du béton. Les propriétés les plus importantes à mesurer dans le béton à l'état frais sont la maniabilité, la masse volumique et la teneur en air.

#### 1.4.2.1 La maniabilité

La maniabilité est la capacité du béton à être placé et compacté correctement sans aucune ségrégation. La maniabilité est représentée par le degré de cohésion et de plasticité, la compacité et la consistance. L'essai d'affaissement qui mesure la consistance permet d'avoir un indicateur de la maniabilité du béton. La figure 1.9 montre le processus général de l'essai d'affaissement, qui permet de mesurer la maniabilité. La norme CSA A23.2-5C établit la procédure pour réaliser cet essai (Association Canadienne de normalisation, 2015a).



Figure 1.9 Processus général de l'essai d'affaissement

### 1.4.2.2 La masse volumique

La masse volumique des bétons conventionnels est normalement entre 2200 kg/m<sup>3</sup> et 2400 kg/m<sup>3</sup>. La masse volumique dépend directement de chacun des matériaux utilisés dans le béton.

#### 1.4.2.3 La teneur en air

L'air est toujours présent dans le béton soit de façon naturelle ou de façon incorporée. De façon naturelle, l'air représente entre 1 % et 3 % du volume du mélange de béton. De façon incorporée il est possible d'obtenir une teneur en air jusqu'à 9 % qui dépend du type de gros agrégat utilisé dans le béton.

#### 1.4.3 Propriétés à l'état durci

#### 1.4.3.1 La résistance à la compression

La résistance à la compression correspond à capacité maximale exprimée en MPa d'un matériau après avoir été soumis à une charge axiale. La résistance à la compression (f'c) est la propriété mécanique la plus importante dans le béton. La performance du béton est affectée, entre autres, par des facteurs comme le ratio e/l, la quantité et le type de ciment, la qualité des granulats et la cure du béton. La norme CSA A23.1-14 (Association Canadienne de normalisation, 2015e) détermine l'évaluation de la résistance à la compression à 28 jours. Dans le cas de l'utilisation d'ajouts cimentaires dans le béton, il est facultatif de faire une évaluation à 56 ou 91 jours. La détermination de la résistance à la compression est faite à 28 jours selon la norme CSA A23.2-9C (Association Canadienne de normalisation, 2015d). Cependant, l'utilisation d'ajouts cimentaires permet dans certains cas, l'augmentation des résistances après 28 jours (Kosmatka et al., 2011; Mindess et al., 1981).

#### 1.4.4 Les adjuvants dans le béton

La définition d'adjuvant correspond à un matériau autre que l'eau, les granulats, le matériau cimentaire et les renforts fibreux utilisés dans un mélange afin de modifier ses propriétés à l'état frais ou ses propriétés à l'état durci. Les adjuvants sont ajoutés au mélange avant ou pendant le malaxage (American Society for Testing and Materials, 2016b). En modifiant les propriétés à l'état frais et/ou à l'état durci dans un mélange, il est possible d'obtenir une

augmentation de la résistance à la compression, une diminution de la perméabilité, une augmentation de l'affaissement, une accélération ou un ralentissement du durcissement, ainsi qu'une efficacité accrue de ciment et la réduction des coûts (Plank, Sakai, Miao, Yu, & Hong, 2015). Avec l'utilisation d'additifs, il est possible d'obtenir différents types de mélanges avec des modifications d'une ou plusieurs propriétés, ce qui permet d'obtenir un béton de plus en plus performant (Suchorski et al., 2003).

# 1.4.4.1 Entraîneurs d'air

L'air naturellement inclus dans le béton correspond normalement entre 1 % et 3 % du mélange. Les adjuvants entraîneurs d'air sont utilisés afin d'obtenir un béton à faible perméabilité. Son utilisation est recommandée dans les pays où le béton est exposé au gel et au dégel (Gagné, 2016). Pendant le durcissement du béton et après que le mélange soit entré en contact avec l'eau, des pores capillaires sont formés. Si ces pores sont remplis d'eau puis soumis aux conditions de gel, l'eau à l'intérieur des pores gèle, génère une dilatation générant des pressions plus élevées auxquelles le béton ne peut résister et des fissures sont générées. L'inclusion d'air contient de minuscules bulles d'air uniformément réparties et permet alors la discontinuité des pores capillaires et à son tour la formation d'espaces leur permettant d'agir comme des soupapes de sécurité lors de la dilatation de la glace (American Society for Testing and Materials, 2016b). Au Canada, la quantité d'air entraîné peut aller jusqu'à 8 %. Cependant, la résistance à la compression peut avoir une réduction d'environ 2 % à 6 % en raison de l'augmentation de l'air incorporé (Kosmatka et al., 2011). Il est important de noter que la présence de particules de carbone provenant des ajouts cimentaires de ciment peut neutraliser l'effet de l'entraîneur d'air dans les mélanges de béton (Aïtcin & Flatt, 2015).

#### 1.4.4.2 Superplastifiants

Les superplastifiants permettent d'augmenter la fluidité du béton sans ajouter d'eau au mélange et sans affecter la résistance à la compression du béton (American Society for Testing and Materials, 2017a). Les superplastifiants sont très utilisés pour améliorer la maniabilité du béton sans affecter le ratio e/l. Les superplastifiants sont ceux à base de lignosulfonate, de naphtalène

sulfoné, de mélamine sulfonée et de polycarboxylate/polyacrylate. Leur différence varie en termes de capacité de réduction d'eau à laquelle chacun contribue (Nkinamubanzi, Mantellato, & Flatt, 2016).

# 1.5 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique d'identification chimique basée sur l'analyse thermique. L'ATG fait la mesure d'une propriété physique (masse) d'un échantillon en fonction du changement de la température à une vitesse dans un environnement contrôlé (Association canadienne du ciment Portland, 2004; Musa, 2014; Scrivener, Snellings, & Lothenbach, 2016). Pour analyser les effets thermiques des données de l'ATG, une courbe du changement de masse selon la température est construite. Il est également possible d'obtenir la courbe dérivée de l'ATG, soit la courbe de (DTG), ce qui permet d'identifier facilement les pics de température auxquels des changements significatifs de l'échantillon se produisent (Alarcon-Ruiz, Platret, Massieu, & Ehrlacher, 2005; Skoog, Holler, & Timothy, 2002). La figure 1.10 illustre les deux types de courbes à analyser. La description du Ldh, Ldx et Ldc est montrée dans la section analyse de la pâte. Le tableau 1.5 montre la plage de températures dans laquelle les différentes zones de décomposition sont présentées. Le changement de la masse observée dans la courbe ATG est due généralement aux réactions chimiques, telles que la décomposition et la perte d'eau de cristallisation, la combustion et la réduction des oxydes métalliques, même à des transitions physiques comme la vaporisation, l'évaporation, la sublimation, la désorption et le séchage (Widmann et al., 2001).



Figure 1.10 Courbe dérivée DTG (axe droit) et ATG (axe gauche) Adapté de Deboucha et Al (2017) et Pane et Al (2005)

Tableau 1.5 Plages de températures pour les zones de décomposition

Zono do dázomnosition	Range de	Minároux ossociós
Zone de decomposition	températures (°C)	Miller aux associes
Déshydratation (Ldh)	105-440	Ettringite et CSH
Deshydroxylation (Ldx)	440-580	Portlandite
Décarbonatation (Ldc)	580-900	Carbonates

# 1.5.1 Analyse dans la pâte

L'ATG a été utilisée par différents chercheurs pour analyser la pâte à l'état durci avec des matériaux cimentaires. Il existe un facteur commun dans les courbes ATG pour les plages de température dans lesquelles se produisent les principaux changements minéralogiques. Dans le processus d'hydratation, deux principales réactions se produisent : la formation de l'hydroxyde de calcium (CH) aussi appelé portlandite et celle du calcium silicate hydrate (CSH) (Alarcon-Ruiz et al., 2005; Kada-Benameur, Wirquin, & Duthoit, 2000; Scrivener et al., 2016).

Au moyen des tests ATG et DTG, les auteurs ont trouvé une gamme de températures auxquelles ces réactions et d'autres se produisent. De l'eau évaporable et la décomposition de l'ettringite ont lieu entre 50 °C et 120 °C (Alarcon-Ruiz et al., 2005; Barbara Lothenbach & Wieland, 2006; Xuebing Wang, Pan, Shen, & Liu, 2016; Zhou & Glasser, 2001). Entre 100 °C et 300 °C se produit principalement la déshydratation du C-S-H (Alarcon-Ruiz et al., 2005; Collier, 2016; Meneses Martínez, 2012; Perraki, Kakali, & Kontori, 2005; Rodier, Bilba, Onésippe, & Arsène, 2017). Les auteurs sont d'accord pour dire que la deshydroxylation de la portlandite en oxyde de calcium et eau se produit entre 400 °C et 500 °C. Une dernière décomposition se produit dans le pic de température autour de 600°C ou 700°C par la décarbonatation du carbonate de calcium. À partir des données de perte de masse et masses moléculaires du composant, il est possible de calculer les valeurs de la portlandite et du carbonate de calcium (Deboucha, Leklou, Khelidj, & Oudjit, 2017; Meneses Martínez, 2012). La figure 1.11 montre les solides plus courants déjà mentionnés et identifies dans l'ATG.



Figure 1.11 ATG et DTG courbes à 91 jours du ciment Portland hydraté Tiré de Scrivener et al (2016)

Les résultats du test ATG permettent de déterminer le degré d'hydratation de la pâte ( $\alpha$ ). L'eau liée chimiquement (W<sub>b</sub>) et la perte de masse de la portlandite sont des données très importantes

pour déterminer le degré d'hydratation  $\alpha$  (Pane & Hansen, 2005). Différentes méthodes de calcul sont utilisées afin de mesurer le degré d'hydratation et il n'y a pas de norme à suivre. La méthode proposée par (Bhatty et al., 1988; Deboucha et al., 2017) détermine le degré d'hydratation de la pâte à partir des équations suivantes :

$$W_b = Ldh + Ldx + 0.41 (Ldc)$$
(1.5)

$$\alpha = \frac{W_b}{0.24} \tag{1.6}$$

où W<sub>b</sub> correspond à l'eau liée chimiquement pendant le temps. Ldh, Ldx et Ldc correspondent au changement de masse obtenue des courbes d'ATG pendant les réactions de déshydratation, de deshydroxylation et de décarbonatation déjà mentionnées. La valeur de 0,41 correspond à un facteur de correction qui permet d'assumer l'eau liée dérivée de la portlandite carbonatée. Dans le calcul du Ldc il faut tenir compte des valeurs du degré de décarbonatation obtenues dans l'ATG pour les matériaux anhydrides (sans eau) (Pane & Hansen, 2005). La valeur du 0.24 correspond à la quantité d'eau pour hydrater une particule du ciment dans sa totalité.

#### 1.5.1.1 Calcul de la portlandite (CH) et du carbonate du calcium (CaCO<sub>3</sub>)

La réaction produite par le changement de masse entre 400 °C et 500 °C est due à la décomposition du CH (Ca(OH)<sub>2</sub>) en eau et en oxyde de calcium. La quantité de CH peut être calculée par l'équation 1.7 (Scrivener et al., 2016).

$$Ca(OH)_{2,messuré} = MP_{Ca(OH)_2} * \frac{m_{Ca(OH)_2}}{m_{(H_2O)}}$$
 (1.7)

Où MP<sub>Ca(OH)2</sub> correspond au pourcentage de la masse dû à la décomposition de CH.  $m_{Ca(OH)2}$  correspond à la masse moléculaire du CH et  $m_{Ca(OH)2}$  correspond à la masse moléculaire de l'eau.

Un ajustement doit être apporté au calcul, car la fraction solide de l'échantillon change pendant l'hydratation. L'équation 1.8 est utilisée à cette fin pour la pâte.

$$Ca(OH)_{2,p\hat{a}te} = \frac{Ca(OH)_{2,messur\acute{e}}}{m_{580°C}*(1+\frac{e}{l})}$$
(1.8)

où m $_{580^\circ C}$  correspond au pourcentage de masse perdu à 580° et e/l correspond au ratio eau / liant.

Dans le cas du carbonate du calcium, le calcul est fait à partir de l'équation 1.9 en tenant compte de la perte de dioxyde de carbone qui se donne par le changement de masse entre 580°C et 800°C.

$$CaCO_3 = MP_{CaCO_3} * \frac{m_{CaCO_3}}{m_{(CO_2)}}$$
(1.9)

où MP<sub>CaCO3</sub> correspond au pourcentage de masse perdue à entre 580°C et 800°C,  $m_{CaCO3}$  correspond à la masse moléculaire du CH et  $m_{CO2}$  correspond à la masse moléculaire du dioxyde du carbone.

### 1.5.2 Arrêt d'hydratation

L'objectif principal de l'hydratation de l'échantillon est d'éliminer l'eau des pores sans éliminer les hydrates présents dans l'échantillon. Il existe des techniques de séchage direct et des techniques d'échange de solvant. Bien que chaque technique présente des avantages et des inconvénients, la technique la plus recommandée pour l'analyse d'ATG est l'échange de solvants (Scrivener et al., 2016), car la technique de séchage direct peut modifier la microstructure de l'échantillon et éliminer l'eau liée chimiquement (Snoeck et al., 2014). Dans le cas de l'arrêt d'hydratation avec l'échange de solvants, l'utilisation de solvants organiques comme l'isopropanol, le méthanol sont les plus utilisés. Cependant, l'utilisation d'isopropanol donne de meilleurs résultats. Dans le cas du méthanol, certains auteurs s'accordent pour dire qu'il existe une interaction entre le métal et le ciment hydraté (Kowalczyk, Gajewicz, & McDonald, 2014; Mantellato, Palacios, & Flatt, 2016; Scrivener et al., 2016; Snellings et al.,

2018; X Wang, Eberhardt, Gallucci, & Scrivener, 2016). La méthode à suivre pour arrêter l'hydratation peut varier d'un auteur à l'autre. Pour l'analyse du BT-LCLL, il a été décidé d'utiliser une procédure semblable à celle décrite par Snellings (2018). Cette procédure est décrite dans le chapitre méthodologie suite aux recommandations d'une étude comparative de différentes méthodes.

#### **1.6** Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage n'utilise pas la lumière pour construire une image, elle utilise des électrons. Cette technique permet de faire une caractérisation d'un matériau grâce aux images obtenues de la surface de l'échantillon. Les électrons s'accélèrent jusqu'à obtenir une longueur d'onde qui diffracte au contact avec la surface de l'échantillon. Un système capte les électrons diffractés dans une image monochromatique. La résolution de l'image peut varier selon la machine. Cette résolution varie entre 3 nm et 20 nm (Scrivener et al., 2016).

La figure 1.12 montre la morphologie associée au gel CSH, à la portlandite (CH) et à l'ettringite, selon Aïtcin et Flatt (2015). La morphologie du gel CSH n'est pas complètement connue, cependant les modèles trouvés à ce jour sont basés sur un type de structure laminaire. Dans le cas de la portlandite, il peut se présenter des morphologies laminaires hexagonales, des morphologies prismatiques sous forme de plaques ou des morphologies prismatiques cubiques en cas de carbonatation. L'ettringite présente une morphologie qui se développe sous la forme d'aiguilles (Aïtcin, 2008).



Figure 1.12 Morphologie des produits de l'hydratation du ciment CSH, b) et e) Portlandite (CH), c) Ettringite Tiré de Aïtcin et Flatt (2015)

# 1.7 Diffraction des rayons X (DRX)

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques avec une longueur d'onde entre 0 et 10 Å. Dans son interaction avec la matière, les rayons X sont diffractés dû à la distribution des électrons du matériau diffracté (Luger, 2014). La découverte du phénomène de diffraction dans ces échantillons est rapidement transformée en une technique expérimentale largement utilisée, principalement en raison de la large gamme d'applications qui peuvent être trouvées pour l'étude des substances cristallines. De nos jours, cette technique est un outil couramment utilisé par différentes disciplines scientifiques en raison de la grande variété d'informations qu'elle peut fournir. L'identification des phases cristallines. La DRX appliquée à la poudre permet d'identifier les phases cristallines. Le test produit un graphique constitué d'une série de pics répartis en fonction des valeurs angulaires 20 correspondant aux réflexions détectées par l'équipement. Chaque phase cristalline produit un modèle de diffraction caractéristique et il existe des bases de données contenant les informations cristallographiques des différentes phases. Avec le diagramme obtenu et les bases de données, il est possible d'identifier les

modèles qui s'adaptent le mieux aux pics du diagramme pour obtenir les phases d'un matériau donné (Scrivener et al., 2016).

### 1.8 Résumé de la revue de littérature

Cette revue de littérature a permis de mieux comprendre le processus d'hydratation qui se produit lorsque des matériaux cimentaires entrent en contact avec de l'eau. Actuellement, de nombreux types d'ajouts cimentaires sont utilisés depuis des décennies et la recherche de nouveaux ajouts cimentaires devient chaque jour plus concrète. Dans le cas des brasques traitées, la littérature scientifique n'est pas nombreuse et cela nous permet d'ouvrir un chemin pour faire l'analyse des brasques. Enfin, à partir du calcul du degré d'hydratation, des composants dans la pâte et à l'aide des différents tests mentionnés ci-dessus, il devient possible d'atteindre l'objectif de valoriser les brasques comme ajout cimentaire.

# **CHAPITRE 2**

# MÉTHODOLOGIE

Ce chapitre montre les matériaux et la méthodologie utilisés dans la recherche pour l'évaluation du BT-LCLL dans quatre échelles différentes. La section 2.1 montre le plan expérimental établis. La section 2.2 présente les matériaux utilisés dans la fabrication. La section 2.3 décrit les processus de fabrication des échantillons. La section 2.4 traite l'élaboration des essais.

#### 2.1 Plan expérimental

Un plan expérimental divisé en quatre échelles d'analyse est défini pour effectuer l'évaluation des BT-LCLL : au niveau de la poudre, de la pâte, du mortier et du béton. La figure 2.1 montre le diagramme général du plan expérimental.



Figure 2.1 Diagramme du plan expérimental général

Afin d'évaluer l'impact de BT-LCLL en tant qu'ajout cimentaire, différents mélanges ont été préparés avec différents rapports e/l. La quantité de liant correspond à la quantité de ciment et d'ajouts cimentaires à utiliser. Un échantillon de contrôle (100C) a été préparé pour chaque rapport e/l, ce qui correspond à un échantillon sans ajout cimentaire. Ensuite, avec le même mélange de contrôle, un pourcentage de ciment a été remplacé par les BT-LLCL (10 et 20 %).

Au cours du processus d'élaboration des tests ATG, l'arrêt de l'hydratation n'a pas été effectué et un moule en aluminium a également été utilisé. Ces deux conditions ont une influence sur les résultats, ce qui ne permet pas une analyse adéquate des échantillons. Ainsi, les tests ATG ont été refaits, mais il a été décidé de modifier les ratios e/l afin de poursuivre l'analyse BT-LCLL selon les conditionnes du doctorant. Les nouveaux tests ATG ont été réalisés avec des ratios e/l de 0,35 et 0,45.

#### 2.1.1 Poudre

L'analyse a été faite sur la poudre des BT-LCLL. Un pourcentage de matériau retenu inférieur de 45 µm après le broyage des BT-LCLL a été établi pour assurer la continuité de son utilisation aux autres échelles d'analyse. Le tableau 2.1 montre la quantité d'échantillons évalués à l'échelle de la poudre.

Échelle d'analyse		POUDRE							
Laboratoire			Externe UdM	Externe (UQAM)					
Essai	Teneur en humidité	Perte au feu	DRX	BET					
# Échantillons	2	2	20	1	2	4			
Total				6					

Tableau 2.1 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle de la poudre

### 2.1.2 Pâte

Les pâtes ont été élaborées à partir du mélange des matériaux cimentaires (ciment et BT-LCLL) et de l'eau. Bien que les résultats des ratios 0,40 et 0,48 n'aient pas été pris en compte pour l'analyse de la pâte par ATG, les résultats des graphiques ATG sont joints en annexe I. Les essais d'ATG ont été effectués aux âges de 3, 7, 14, 28 et 56 jours pour chaque échantillon aux ratios 0,35 et 0,45. Les essais de DRX et de MEB ont été faits à 90 jours. Le tableau 2.2 montre la quantité des échantillons élaborés pour les différents essais à cette échelle.

Échelle d'ar	nalyse		PÂTE							
Laborato	Laboratoire		ÉTS					K	Externe (U	(dM)
Essai			ATG MEB					DRX		
Mélang	Mélange 100C 90C 10LCLI		90C 10LCLL	80C 20LCLL	100C	90C 10LCLL	80C 20LCLL	100C	90C 10LCLL	80C 20LCLL
	0,35	5	5	5	-	-	-	-	-	-
Datio (a/l)	0,45	5	5	5	-	-	-	-	-	-
Katio (e/i)	0,40	8	8	8	1	1	1	1	1	1
	0,48	8	8	8	1	1	1	1	1	1
Total			84						6	

Tableau 2.2 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle de la pâte

#### 2.1.3 Mortier

La norme ASTMC311 établit les quantités de matériaux à utiliser pour le test de résistance à la compression (voir tableau 2.7) et précise un ratio e/l de 0,48. Les essais ont été effectués aux âges de 1, 3, 7, 14, 28, 56, et 90 jours (3 échantillons par jour d'essai et par type de mélange). À partir des résultats de résistance à la compression obtenus, l'indice d'activité pouzzolanique est déterminé dans la section 3.3.2. Le tableau 2.3 montre la quantité d'échantillons analysés à cette échelle.

Échelle d'analyse		MORTIER					
Laboratoire		ÉTS					
Essai		Résistance à la compression					
Mélange	100C	90C10LCLL	80C20LCLL	70C30LCLL			
Ratio (e/l) 0,48	21	21 21 21 21					
Total		84					

Tableau 2.3 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle mortier

#### 2.1.4 Béton

La sélection du rapport 0,48 a été faite avec une continuité au rapport utilisé dans les essais au mortier. De plus, des tests ont été effectués pour un ratio de 0,40. Ce dernier rapport a été sélectionné en fonction du niveau d'exposition C1 du béton, définit selon la norme CSA A23.1. Le niveau d'exposition C1 correspond à un béton structural armé exposé aux chlorures avec ou sans conditions de gel-dégel. Comme par exemple, des tabliers de ponts, des surfaces et rampes de stationnement, des parties de structures marines. La catégorie de quantité d'air peut être de type 1 si elle est exposée au gel-dégel ou 2 si elle n'est pas exposée au gel-dégel. Pour notre analyse, nous avons choisi une catégorie 1 avec une quantité d'air recommandée comprise entre 5 et 8%. La résistance cible à 28 jours pour le ratio 0,48 et 0,40 correspondant à 36 MPa et 43 MPa respectivement. Les essais de résistance à la compression ont été effectués aux âges de 7, 14, 28, 56, 90, 120, 150 et 180 jours (3 échantillons par jour d'essai et par type de mélange). Des remplacements de 10% et 20% du ciment par les BT-LCLL ont été évalués. Les tableaux 2.4 et 2.5 montrent la quantité d'échantillons analysés à cette échelle.

Écl d'an Labo	helle alyse ratoire		BÉTON ÉTS							
Es	ssai	Affaissement Teneur en air Masse volumique					nique			
Mél	ange	100C	90C 10LCLL	80C 20LCLL	100C	90C 10LCLL	80C 20LCLL	100C	90C 10LCLL	80C 20LCLL
Ratio	0,40	1	1	1	1	1	1	1	1	1
(e/l)	0,48	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Te	otal	18 12 6				6				

Tableau 2.4 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle béton à l'état frais

Tableau 2.5 Quantité d'échantillons évalués à l'échelle béton à l'état durci

Échelle d'ana	lyse		BÉTON				
Laboratoir	e		ÉTS				
Essai		Ré	Résistance à la compression				
Mélange		100C	90C10LCLL	80C20LCLL			
Ratio (e/l)	0,40	24	24	24			
0,48		24 24 24					
Total			144				

# 2.2 Matériaux

Le béton est composé principalement d'granulats (gravier et sable), d'eau et de ciment. Les progrès de la technologie du béton ont incorporé dans la conception des mélanges de produits tels que les ajouts cimentaires et les adjuvants. Dans cette section, une brève description des matériaux utilisés dans cette étude est présentée.

# 2.2.1 Ciment

Le ciment utilisé est un ciment d'usage général normalisé par la norme CSA A3000 (Association Canadienne de normalisation, 2013). La composition chimique, physique et la composition des phases sont montrées dans le chapitre 3 de résultats et analyse.

### 2.2.2 BT-LCLL

Les BT-LCLL proviennent du traitement appelé *Low-Caustic Leaching and Liming process* (LCL&L). Le matériau a été fourni par Rio Tinto Alcan. La description du procédé est décrite dans le chapitre 1. Le premier échantillon du BT-LCLL reçu correspond à un mélange de plusieurs lots pris au hasard (essais du mortier et essai de perte au feu sur la poudre). Plus tard, d'autres échantillons du BT-LCLL ont été reçus provenant d'un échantillonnage en entrepôt chez Rio Tinto Alcan (essais de la pâte, pour le béton les essais ont été faites avec les deux). Une fois les BT-LCLL reçus, elles ont été séchées et broyées (voir section 2.3.1). Les propriétés chimiques et physiques sont montrées dans le chapitre 3 de résultats et analyse.

## 2.2.3 Granulats

Deux types des sables ont été utilisés. À l'échelle du mortier une sable standard classé (sable d'essai Ottawa). Pour les bétons, le sable et les granulats d'un fournisseur local ont été utilisés. Leurs propriétés physiques sont résumées dans le tableau 2.6.

Propriété physique	Sable	Granulat (10-14 mm)
Densité sèche (kg/m <sup>3</sup> )	2,72%	2,69
Absorption de l'eau	1,20 %	0,62

Tableau 2.6 Propriétés physiques du sable et des granulats utilisés

# 2.2.4 Adjuvants

Le superplastifiant utilisé est un polycarboxylate réducteur d'eau de moyenne portée pour le béton selon la ASTMC494 (American Society for Testing and Materials, 2017a). L'entraîneur d'air est compatible avec d'autres adjuvants. Afin d'éviter la corrosion de l'acier, ces adjuvants ne contiennent pas d'ions de chlorure ajoutés. L'annexe II montre les fiches techniques des adjuvants utilisés.

### 2.2.5 Eau

De l'eau distillée a été utilisée pour les pâtes de ciment. De l'eau potable du réseau d'aqueduc de la Ville de Montréal provenant du robinet du laboratoire de l'École de technologie supérieure (ÉTS) a été utilisée pour les mélanges de béton et de mortier.

# 2.3 Échantillons préparés

Cette section présente une description du processus de préparation de la poudre, de la fabrication des échantillons de la pâte, de mortier et de béton et les dosages utilisés dans chaque mélange. La figure 2.2 explique la codification utilisée pour les échantillons.



Figure 2.2 Codification des échantillons

#### 2.3.1 Poudre BT-LCLL

Les BT-LCLL reçu ont suivi un processus de séchage et de broyage afin d'obtenir un pourcentage du matériel retenu inférieur de 45 µm. Dans le processus de séchage, le matériau a été pesé et a été mis dans un four à 110 °C pendant 24 heures. Après 24 heures, le matériau a été pesé jusqu'à une masse constante. La Pulverisette 9 a été utilisée pour broyer le BT-LCLL (figure 2.3).



Figure 2.3 Appareil de broyage

# 2.3.2 Pâte

Pour les pâtes de ciment, de petits cylindres de 10 mm de diamètre et de 250 mm de hauteur ont été confectionnés. Pour la préparation des mélanges, ces petits cylindres ont été utilisés selon les proportions et ratios montrés dans le tableau 2.7. La figure 2.4 montre les moules en plastique utilisées pour la préparation des cylindres, afin qu'il n'y ait pas d'interférence avec la réaction d'hydratation.

e/l	Échantillon	Ciment (g)	BT-LCLL (g)	Eau (ml)
	100C0.35	350	0	
0,35	90C10LCLL0.35	315	35	123
	80C20LCLL0.35	280	70	
	100C0.45	300	0	
0,45	90C10LCLL0.45	270	30	135
	80C20LCLL0.45	240	76	

Tableau 2.7 Dosages utilisés pour les petits cylindres de pâte



Figure 2.4 Moule pour la préparation des petits cylindres

Pour les mélanges avec les BT-LCLL, le mélange de la poudre du ciment a d'abord été fait avec les BT-LCLL, puis l'eau a été ajoutée et le tout a été malaxé durant 3 minutes à une vitesse de 400 rpm jusqu'à une vitesse de 500 rpm avec un mélangeur de laboratoire à pales, montré à la figure 2.5. Après 24 heures de préparation, les cylindres ont été démoulés et placés dans la chambre humide dans des conditions de température de 23 °C  $\pm$  2 °C et d'humidité relative (HR) de 98 % jusqu'à la date des différents tests. La figure 2.6 montre un de petits cylindres après le démoulage.



Figure 2.5 Mélangeur à pales de laboratoire



Figure 2.6 Petit cylindre après démoulage

# 2.3.3 Mortier

La procédure de préparation des échantillons du mortier a été faite selon la norme ASTM C305(American Society for Testing and Materials, 2014) (pour le mélange mécanique) et la norme ASTM C109/109M-16a (American Society for Testing and Materials, 2016c) (pour les quantités de matériaux et fabrication des cubes). Le tableau 2.8 montre les dosages utilisés pour les cubes de mortier.

e/l	Échantillon	Ciment (g)	BT-LCLL (g)	Sable (g)	Eau (ml)
	100C0.48	500	0		
0.48	90C10LCLL0.48	450	50	1375	242
0,48	80C20LCLL0.48	400	100	1575	
	70C30LCLL0.48	350	150		

Tableau 2.8 Dosages utilisés pour les cubes de mortiers

Le processus de préparation de cubes de mortier a commencé par la pesée des matériaux. Toute l'eau a été ajoutée au mélangeur, puis le ciment. Ensuite, cette pâte a été malaxée à une vitesse de 140 rpm pendant 30 secondes. L'ajout de sable a été fait à une vitesse de 140 rpm pendant 30 secondes. La vitesse a été modifiée à 285 rpm et le malaxage a été maintenu pendant 30

secondes. Le mélangeur a été arrêté et le mortier est resté au repos pendant 90 secondes. Ensuite, le mélange a été terminé à une vitesse de 285 rpm pendant 60 secondes (American Society for Testing and Materials, 2016c).

Immédiatement après, le mortier a été placé dans les moules préalablement graissés avec un agent de démoulage. Le remplissage des moules a été effectué en deux couches. Afin de compacter le mortier, 32 coups ont été faits dans chaque couche. Le matériau en excès a été retiré avec une règle plate. Après 24 heures de préparation, les cubes de mortier ont été démoulés et placés dans la chambre humide dans des conditions de température de 23 °C  $\pm$  2 °C et d'humidité relative (HR) de 98 % jusqu'à la date des différents tests. La figure 2.7 montre l'échantillonnage et la cure des cubes de mortier.



Figure 2.7 Échantillonnage et cure des cubes de mortier a) Cubes à l'état frais; b) Durcissement dans la chambre humide

### 2.3.3.1 Indice d'activité pouzzolanique

Selon l'ASTM C311 (American Society for Testing and Materials, 2017c), l'indice d'activité pouzzolanique ou Strength Activity Index (SAI) est calculé à partir de l'équation 2.1.

$$SAI = \frac{A}{B} * 100 \tag{2.1}$$

où A correspond à la résistance moyenne à la compression en MPa des cubes du mélange d'essai et B correspond à la résistance moyenne à la compression en MPa des cubes de mélange de contrôle. Les exigences de conformité pour le SAI selon les normes ASTM C618 (American Society for Testing and Materials, 2017b) et CSA-A3001-03 correspondent à l'obtention d'un minimum de 75 % à 28 jours.

#### 2.3.4 Béton

La méthode des volumes absolus a été utilisée pour réaliser la formulation des bétons (Kosmatka et al., 2011). Avant de faire le calcul du mélange, il faut établir les paramètres comme le rapport e/l et la teneur en eau. Ces paramètres sont choisis en fonction du niveau d'exposition C1 du béton. Dans le cadre de la recherche, on a choisi les rapports e/l de 0,40 et 0,48. La méthode des volumes absolus utilise la densité de tous les ingrédients pour calculer le volume de chaque matériau par unité de volume. L'annexe III montre les calculs pour les différents mélanges. Dans les paramètres établis pour la conception du mélange, une teneur en air comprise entre 5% et 8% et un affaissement du 75 à 100 mm ont été établies pour les deux rapports e/l avant l'addition des adjuvants. Avec l'addition des adjuvants, les paramètres ont été redéfinis à 7% pour la teneur en air et  $100 \pm 25$  mm pour l'affaissement. Les paramètres établis pour les dus les formulations sont définis dans le tableau 2.9, inspire de Kosmatka (2011). Le tableau 2.10 montre le résumé de chaque mélange.

f'c 28 j min	Masse liant	e/l	Gros granulats	Teneur en	Affaissement
(MPa)	min (kg/m <sup>3</sup> )		(mm)	air (%)	(mm)
43	402	0,40	5-14	7%	$100 \pm 25$
36	402	0,48	5-14	7%	$100 \pm 25$

Tableau 2.9 Paramètres établis pour la formulation des bétons

Échantillon	Ciment (kg/m <sup>3</sup> )	BT-LCLL (kg/m <sup>3</sup> )	Granulat (5-14 mm) (kg/m <sup>3</sup> )	Sable (kg/m <sup>3</sup> )	Eau (ml)
100C0.48	402	0	939	709	193
90C10LCLL0.48	362	40	939	744	193
80C20LCLL0.48	322	80	939	779	193
100C0.40	483	0	939	640	193
90C10LCLL0.40	434	48	939	682	193
80C20LCLL0.40	386	97	939	723	193

Tableau 2.10 Mélanges de béton

Pour les mélanges du béton, un malaxeur de laboratoire à tambour a été utilisé. La capacité du malaxeur est de 60 l (figure 2.8). La séquence de mélange a consisté à mouiller le sable et les granulats grossiers avec la moitié de l'eau de gâchage avant l'introduction des matériaux liants. Une fois, le mélange homogène, le liant a été immédiatement ajouté. Par la suite, les particules d'agrégat ont été revêtues d'une couche de ciment et d'autres matériaux liants. Le reste de l'eau, diluée avec le superplastifiant et l'entraîneur d'air, a été introduite en 30 secondes. Le béton a ensuite été mélangé pendant 2,5 minutes, suivi d'une pause de 2 minutes. Ensuite, le mélange est continuellement remixé pendant 3 minutes. Les propriétés fraîches ont été ensuite mesurées à des intervalles de 10 et 30 minutes à partir du point de contact du ciment et de l'eau. Pendant cette période, le béton a reposé dans le tambour du mélangeur recouvert d'une serviette humide pour empêcher l'évaporation de l'eau. Après la dernière mesure, confirmant que les exigences du béton frais étaient respectées, le béton a été coulé (Association Canadienne de normalisation, 2015b).



Figure 2.8 Malaxeur à tambour

### 2.3.4.1 Confection et cure des cylindres de béton

La norme qui a été utilisée pour la confection des cylindres de béton est la CSA A23.2-3C (Association Canadienne de normalisation, 2015b). Pour la confection des cylindres, des moules de 100 mm de diamètre et de 200 mm de hauteur (figure 2.9) ont été utilisés. Avant la confection, il faut appliquer un agent de démoulage tant à l'intérieur qu'à l'extérieur des moules. Ensuite, il faut remplir de béton les moules en trois couches égales. Afin de compacter le béton, il faut appliquer 20 coups uniformément répartis dans chaque couche avec une tige d'acier. Pour la première couche, il faut pilonner à travers l'épaisseur de la couche sans toucher le fond du moule. Pour la deuxième et troisième couche, il faut pilonner à travers l'épaisseur de la couche précédente. Avec un maillet en caoutchouc, il faut frapper légèrement sur le côté du moule après chaque couche. Utiliser la tige pour faire le niveau et retirer le matériau en excès. Après 24 heures de préparation, les cylindres de béton ont été démoulés et placés dans la chambre humide dans des conditions de température de 23 °C  $\pm$  2 °C et d'humidité relative (HR) de 98 % jusqu'à la date des différents tests. La figure 2.10 montre l'échantillonnage des cylindres de béton.



Figure 2.9 Moule de plastique pour la confection des cylindres de béton de 100 mm x 200 mm



Figure 2.10 Échantillonnage des cylindres de béton

- 2.4 Procédure expérimentale
- 2.4.1 Caractérisation des poudres de ciment et de BT-LCLL

# 2.4.1.1 Teneur en humidité et perte au feu

La norme CSA A3003-03 a été utilisée pour déterminer l'humidité et la perte au feu du BT-LCLL. Pour déterminer l'humidité, l'échantillon a été séché dans un four à une température de  $110^{\circ}$ C jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Pour déterminer la perte en feu, l'échantillon séché a été brûlé jusqu'au 750°C ± 25°C pendant 15 minutes. Une fois refroidi, l'échantillon a été pesé. Plus, l'échantillon a été mis dans le four pendant 5 minutes et il a été pesé de nouveau. Cette procédure a été répétée jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

# 2.4.1.2 Surface spécifique (BET)

Pour déterminer la surface spécifique (BET) l'équipement Autosorb-1 a été utilisé (figure 2.11). L'essai est basé sur l'adsorption physique du gaz sur les surfaces externes et internes d'un matériau poreux. Une pression de vapeur relative sur le matériau est appliquée dans des conditions initiales de température et pression stables. La quantité de gaz absorbée par le matériau est proportionnelle à la surface externe et interne du matériau.



Figure 2.11 Appareil pour mesurer la surface spécifique

# 2.4.1.3 Granulométrie laser

La granulométrie laser a permis de déterminer la taille des particules des brasques usées. Le principe repose sur la diffraction de la lumière laser appliquée aux particules. Lorsque, la lumière laser frappe un groupe de particules, il se produit une diffraction de la lumière en fonction de la taille des particules. La figure 2.12 montre l'équipement Masterizer 3000E utilisé pour la granulométrie laser.


Figure 2.12 Appareil de mesure de la granulométrie laser

## 2.4.2 Caractérisation de la pâte

## 2.4.2.1 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a été utilisée pour déterminer la quantité d'eau liée chimiquement dans les pâtes de ciment. Tous les échantillons ont été testés sur l'instrument PerkinElmer Diamond ATG (figure 2.13). Les pâtes ont été concassées pour son analyse aux différentes dates d'essai (3, 7, 14, 28 et 56 jours). Les échantillons sont soumis à un processus d'arrêt d'hydratation, avant leur analyse (section 1.5.2). Les échantillons d'environ 25 mg ont été chauffés de 50 à 900 °C à une vitesse constante de 10 °C/min dans une atmosphère d'azote, circulant dans 50 cm<sup>3</sup>/min.



Figure 2.13 Instrument d'analyse thermogravimétrique

La procédure d'arrêt d'hydratation a été effectuée sur chaque échantillon. Pour cette procédure, l'échantillon a été laissé dans 25 ml d'isopropanol pendant 15 minutes dans un bécher. Par la suite, l'échantillon a été placée sur un papier-filtre dans un filtre Büchner (figure 2.14) et 10 ml supplémentaires d'isopropanol ont été appliqués pour faire tremper le matériau restant du bécher. L'échantillon a été filtrée et une fois sec, 5 ml d'éther (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O) ont été ajoutés pour éliminer l'isopropanol restant. De nouveau, le filtre a été conçu pour sécher l'échantillon. L'échantillon a ensuite été placé dans une coupelle et maintenu pendant 9 minutes dans un four à 40 °C. Pour éviter la carbonatation des échantillons, ils ont été placés dans des sacs en plastique et placés dans un dessiccateur jusqu'à leur utilisation (figure 2.14).



Figure 2.14 Arrêt d'hydratation a) Filtre Büchner et b) Dessiccateur

## 2.4.2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique utilisé était le microscope électronique à balayage (MEB), également connu sous le nom SEM (scanning electron microscope). Pour faire l'analyse, les petits cylindres ont été coupés avec un disque de diamant en petites tranches d'environ 4 mm d'épaisseur (figure 2.15).



Figure 2.15 Coupe de cylindres pour le MEB

Pour faire l'observation au MEB, les échantillons ont été polis avec des abrasifs au carbure de silicium de 320, 400, 600 et 800. Chaque échantillon a été poli avec chaque abrasif pendant 30 secondes (force 15 N, 150 tours par minute de rotation) (figure 2.16). Chaque tranche a été polie et submergée en acétone pendant 30 minutes. Ensuite, les échantillons ont été disposés dans un four à 70 °C pendant 24 heures. Après, les échantillons ont été métallisés avec 4 µm de platinium (figure 2.17). Finalement l'observation des échantillons a été faite avec le MRB Hitachi SU-8230 (figure 2.18).

Dans le cas de l'analyse du BT-LCLL, l'analyse de spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (SDE) a été faite.



Figure 2.16 Polissage des échantillons



Figure 2.17 Instrument pour métalliser les échantillons



Figure 2.18 Instrument pour les tests de MEB et de SDE

## 2.4.2.3 Diffraction aux rayons X (DRX)

L'instrument de DRX utilisé est un Bruker C2 D8/Discover, il inclut un détecteur bidimensionnel à gaz Xe/méthane (HI-STAR) et une plateforme mobile XYZ avec un alignement laser du faisceau de rayons X incident sur la zone de l'échantillon à analyser. Il est possible de mesurer des échantillons disponibles en faible quantité (de la taille de quelques micromètres) en utilisant une optique spéciale. Les rayons X bombardent l'échantillon et sont diffractés à différents angles, en fonction des plans cristallins de l'échantillon. Le diffractomètre comporte un détecteur qui mesure l'intensité des rayons X en fonction de l'angle de l'échantillon. Les données recueillies sont ensuite représentées dans un graphique de l'intensité en fonction de l'angle, ce qui donne une série de « pics » ou de « lignes » qu'on appelle patron ou un spectre de diffraction. L'analyse effectuée est qualitative, sur la base de la comparaison des pics des échantillons par DRX à une base de données contenant des pics de phase connus. Les échantillons utilisés ont été fabriqués avec la même procédure appliquée pour les petits cylindres pour les analyses par ATG.

#### 2.4.3 Mesure sur le mortier

Seule des essais de résistance à la compression sont faits sur les cubes de mortier durci. L'équation 2.1 permet de déterminer la résistance à la compression, où  $\sigma_j$  est la résistance à la compression maximum en MPa à j nombre de jours , F est la force de compression maximum avant rupture en N et A<sub>b</sub> est la surface comprimée en mm<sup>2</sup>.

$$\sigma_j = \frac{F}{A_b} \tag{2.2}$$

La détermination de la résistance à la compression a été faite conformément à la norme CSA A23.2-9C (Association Canadienne de normalisation, 2015d). La résistance à la compression a été déterminée aux âges de 1, 3, 14, 28, 56 et 90 jours à l'aide d'une presse hydraulique de type Cyber-Plus évolution. L'essai consiste en l'application d'une charge sur

la surface supérieure du cube à une vitesse spécifiée entre 0.15 et 0.35 MPa/s pendant que la rupture du cube se produit.

## 2.4.4 Mesures sur le béton

#### 2.4.4.1 Affaissement

La mesure de l'affaissement du béton a été effectuée conformément à la norme ASTM C 143 (American Society for Testing and Materials, 2003). L'appareil pour faire le test est constitué d'un cône métallique (appelé cône d'Abrams), dont la partie inférieure mesure 200 mm de diamètre, la partie supérieure fait 100 mm de diamètre à une hauteur de 300 mm. Une tige d'acier lisse de 600 mm de longueur et 16 mm de diamètre a été utilisée. Le test consiste à mettre le cône d'Abrams sur une surface plane et non absorbante. Ensuite, le cône doit être rempli de trois couches de même volume environ. Dans chaque couche, il faut appliquer 25 coups uniformément répartis avec la tige d'acier. Le matériau en excès doit être retiré avec la tige. Immédiatement après, le cône doit être retiré verticalement avec précaution dans un temps de  $5 \pm 2$  secondes. La mesure de l'affaissement est faite du sommet du cône jusqu'à l'échantillon (figure 2.19).



Figure 2.19 Mesure de l'affaissement avec le cône d'Abrams

#### 2.4.4.2 Masse volumique et teneur en air

La détermination de la masse volumique et de la teneur en air ont été faites en conformité avec la norme CSA A23.2-4C (Association Canadienne de normalisation, 2015c). L'appareillage utilisé pour faire les deux tests est un aéromètre (figure 2.20). L'essai de la masse volumique est le premier test à effectuer et est réalisé sur le béton frais. Il consiste à déterminer la masse nécessaire pour remplir un moule de volume connu. Le béton doit être placé en 3 couches égales. Dans chaque couche, il faut appliquer 25 coups uniformément répartis avec une tige d'acier. Pour la première couche, il faut pilonner à travers l'épaisseur de la couche sans toucher le fond du moule. Pour la deuxième et troisième couche, il faut pilonner à travers l'épaisseur de la couche en permettant à la tige de pénétrer environ 25 mm dans la couche précédente. Avec un maillet en caoutchouc, il faut frapper de 10 à 15 fois sur le côté de l'aréomètre après chaque couche. Pour faire le niveau et retirer le matériau en excès, une plaque de verre doit être utilisée. Pour déterminer la masse volumique du béton, il faut peser le contenant de l'aréomètre rempli et il faut prendre la donnée de masse du contenant de l'aréomètre préalablement calibré. Ensuite, pour la détermination de la teneur en air, il faut mettre le couvercle, ajuster l'appareil selon la norme et prendre la mesure de la teneur en air montrée sur le manomètre.



Figure 2.20 Aéromètre pour mesurer la teneur en air dans le béton

#### 2.4.5 Résistance à la compression

La détermination de la résistance à la compression a été conforme à la norme CSA A23.2-9C (Association Canadienne de normalisation, 2015d). La résistance à la compression des cylindres de béton de 100 mm de diamètre et 200 mm de hauteur a été déterminée sur une presse Matest Servo-Plus Evolution (figure 2.21). Elle a été mesurée aux âges correspondants de 7, 28, 56 et 90 jours. L'essai consiste en l'application d'une charge sur la surface supérieure du cylindre à une vitesse spécifiée entre 0.15 et 0.35 MPa/s pendant que la rupture du cylindre se produit.



Figure 2.21 Presse d'essai de résistance à la compression

#### **CHAPITRE 3**

# PRÉSENTATION ET ANALYSE DES RÉSULTATS

Les résultats sont présentés pour chacune des échelles évaluées (poudre, pâte, mortier et béton) comme cela a été fait dans le chapitre de méthodologie.

#### **3.1 Poudre de ciment et de BT-LCLL**

#### 3.1.1 Composition

Les résultats de composition chimique et des propriétés physiques du ciment et des brasques traitées par le procédé LCLL (BT-LCLL) fournis par les fabricants respectifs sont affichés au tableau 3.1. Les résultats montrent la conformité du ciment tel que décrit dans les spécifications de la réglementation en vigueur pour la norme CSA-A3001-03. Les valeurs du C<sub>3</sub>S (56 %), C<sub>2</sub>S (16.6 %), C<sub>4</sub>AF (8.2 %) et C<sub>3</sub>A (6.9 %) confirment ce qui a été mentionné dans la revue de littérature au tableau 1.2.

Deux différents résultats de composition chimique sont présentés pour le BT-LCLL (tableau 3.1). Le premier montre une première analyse des composants (RIO TINTO 1). Par contre, le deuxième montre une analyse plus détaillée dans l'interprétation des types des composants (RIO TINTO 2). Par exemple, dans l'analyse 1 le SO<sub>3</sub> a été évalué plutôt comme CaSO<sub>4</sub> dans l'analyse 2. De la même façon, le CaO peut être analysé comme CaF<sub>2</sub> et CaSO<sub>4</sub>. Donc, il faudra établir une analyse plus détaillée, afin de pouvoir identifier correctement tous les composants du matériau, dans de futures études.

	Ciment GU	<b>BT-LCLL</b>	<b>BT-LCLL</b>
Composants	(usage	RIO	RIO
	général)	TINTO 1	TINTO 2
Composition chimique (%)			
SiO <sub>2</sub>	19,1	32,8	36,5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,8	27,7	29,4
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,6	4,1	5,3
CaO	61,7	3,3	-
MgO	2,6	-	-
SO <sub>3</sub>	3,8	0,5	-
P2O5	-	0,1	-
TiO <sub>2</sub>	-	0,7	0,9
K2O	-	0,7	-
CaF <sub>2</sub>	-	-	5,9
CaSO4	-	-	1,0
С			10,4
Na3KAl4Si4O16	-	-	10,6
Somme SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	64,6	71,2
Propriétés physiques			
% maximal de matière retenue 45 μm	5,0	25	
Surface spécifique (BET)(m²/g)	1,7	6,6	
Perte au feu %	1,90	12,0	
Composition des phases %			
C <sub>3</sub> S	51,2	-	-
C <sub>2</sub> S	16,2	-	-
C <sub>4</sub> AF	11,0	-	-
СзА	6,7	-	-

Tableau 3.1 Composition chimique et propriétés physiques du ciment et du BT-LCLL

La composition chimique du BT-LCLL est basée sur un système Si/Al principalement. Ce qui pourrait être un avantage si l'on considérait que ces constituants pouvaient potentiellement réagir avec l'hydroxyde de calcium et les alcalis produits lors de la réaction-ciment-eau. L'un des points en faveur de l'utilisation d'ajouts dans le béton consiste à réduire l'empreinte de carbone due à la faible teneur en CaO en fonction du degré de remplacement qui peut être obtenu dans le mélange de béton.

Par rapport aux exigences chimiques établies par les normes ASTMC618 pour les pouzzolanes naturelles crues ou calcinées (classe N), dans l'analyse 1, la somme de la teneur en SiO<sub>2</sub> (32,8 %), en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (27,7 %) et en Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (4,1 %) est égale à 64,6 %, valeur proche de la valeur minimale requise de 70 %. Dans l'analyse 2, la somme de la teneur en SiO<sub>2</sub> (36,5 %), en Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (29,4 %) et en Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5,3 %) est égale à 71,2 %, qui est une valeur proche donnant la conformité de 70 %. Dans l'ASTMC618, cette exigence pour les cendres volantes classe F correspond à 70% et pour les cendres volantes classe C correspond à 50%.

Le diagramme ternaire du système SiO<sub>2</sub>CaOAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> montré dans la figure 3.1, présente la localisation du BT-LCLL (analyse élémentaire), du ciment et des ajouts cimentaires communs. Dans ce cas, le calcul est effectué en tenant compte des pourcentages des trois composants principaux (SiO<sub>2</sub>, CaO, et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dans le BT-LCLL. Ensuite, la proportion équivalente de chaque composant est calculée et sa valeur est située au sommet correspondant. Chaque sommet représente une concentration pure du même composant (100 %) et nulle de deux autres composés. Chacun des côtés du triangle représente une proportion de 0 % du composé situé à son sommet opposé. Ensuite, lorsque la proportion d'une variable donnée dans un échantillon augmente, le point se déplace de la base correspondant à cette variable au sommet opposé. L'emplacement du diagramme ternaire permet de situer le BT-LCLL proche du metakaolin. Le metakaolin est une pouzzolane, qui provient du traitement thermique du kaolin (Fernandez, Martirena, & Scrivener, 2011; Kosmatka et al., 2011; Martirena, Favier, & Scrivener, 2017; Rashad, 2013).



Figure 3.1 Diagramme ternaire du système SiO<sub>2</sub>CaOAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, reproduit avec le logiciel Triplot 4.1.2. Todd Tompson (2009)

## 3.1.2 Perte au feu

La perte au feu est établie pour déterminer la présence d'un excès de quantité d'humidité et/ou des impuretés indésirables pour le ciment, comme le carbone (Bernal et al., 2017). La valeur de la perte au feu est montrée dans le tableau 3.1. L'annexe IV montre le calcul pour déterminer la valeur de la perte au feu du test suivi selon la norme CSA A-3003-03 (Association Canadienne de normalisation, 2003b)

Dans le cas du BT-LCLL le pourcentage de la perte au feu établie au 12% ce qui est supérieur de 2 % à la limite de 10% établi par la norme CSA A3003-03. Cependant, l'effet d'une perte au feu élevée n'est pas déterminant dans l'évaluation d'un matériau pour son utilisation en tant qu'ajout cimentaire. Par exemple, l'étude d'une cendre de bagasse broyée avec une perte d'environ 20 % sur le terrain montre des résultats favorables en termes de résistance des échantillons à long terme (Chusilp, Jaturapitakkul, & Kiattikomol, 2009). De plus, cette valeur

varie aussi suivant les méthodes d'analyse, soit une analyse seulement par DRX ou combinée avec du SDE (Bernal et al., 2017)

#### 3.1.3 Granulométrie

La figure 3.2 montre les résultats de la granulométrie laser du ciment et du BT-LCLL avant et après le broyage. La capacité de broyage de l'équipement utilisé étant d'environ 250 grammes, il était nécessaire de procéder à la vérification de la granulométrie du matériau à différentes occasions. Les ultrasons ont été utilisés pendant l'essai afin de réduire les risques d'erreurs. La standardisation du matériau est difficile à obtenir, car la granulométrie des matériaux varie en fonction du processus de broyage. Cependant, afin de pouvoir travailler avec le BT-LCLL, il est prévu que ce dernier respecte la granulométrie avec un pourcentage retenu maximal de 34 % pour une taille de particules de 45 µm. La figure 3.3 montre les résultats de la granulométrie laser pour différents échantillons du BT-LCLL. La granulométrie laser montre un pourcentage maximal de matière retenue de 25% ce qui est inférieur au 34 % établi par la norme CSA A-3001-03.



Figure 3.2 Granulométries laser ciment et BT-LCLL avant et après broyage



Figure 3.3 Granulométrie laser des différents échantillons après broyage du BT-LCLL

## **3.1.4** Analyse thermogravimétrique (ATG)

Les figures 3.4 et 3.5 montrent les résultats de l'ATG pour le ciment et le BT-LCLL. Le tableau 3.5 montre les valeurs de masse perdue pour le ciment et le BT-LCLL dans l'ATG pour la plage entre 580 °C et 900 °C. Cette plage de températures correspond à la zone de décarbonatation déterminée pour l'évaluation des matériaux et aussi la libération des sulfates (Bernal et al., 2017) Les valeurs de perte de masse seront utilisées dans le calcul du degré d'hydratation des pâtes de ciment, en tenant compte qu'une perte de masse a été identifiée dans cette zone. Cette valeur a été prise en compte par différents auteurs (Deboucha et al., 2017; Meziani, Chelouah, Amiri, & Leklou, 2018; Pane & Hansen, 2005).

ÉCHANTILLON	Masse à 105°C(mg)	Masse à 580°C (mg)	Masse à 900°C (mg)	% Masse totale perdue (mg)	% Masse perdue entre 580°C et 900°C
CIMENT	43,85	43,46	42,83	2,32	1,4 %
BT-LCLL	24,62	23,85	22,73	22,73	4,6 %

Tableau 3.2 Valeurs de masses du ciment et BT-LCLL dans l'ATG



Figure 3.4 Courbes ATG et DTG BT-LCLL



Figure 3.5 Courbes ATG et DTG ciment

Bernal (2017) utilise le test ATG et la spectrométrie de masse sur du laitier granulé de haut fourneau pour compléter l'évaluation par perte au feu de différents matériaux. Elle a trouvé la formation de gaz H<sub>2</sub>S et SO<sub>3</sub> à partir du soufre présent dans le laitier. Cette information indique que pas seulement la formation de CaCO<sub>3</sub> peut être présente dans cette plage de température, ce qui peut influencer l'évaluation des résultats. Un autre point à souligner est la plage de températures dans laquelle la perte au feu doit être évaluée, car la norme utilisée établit que la valeur maximale de la température est de 750 °C  $\pm$  25 °C. Alors que l'analyse effectuée par ATG nous montre les variations de poids dans les températures allant jusqu'à 900 degrés. Les variations dans les procédures et le choix des standards affectent les résultats. Ceci est un facteur important lors de l'évaluation d'un matériau, car le choix de la méthode à suivre peut influencer le jugement sur la conformité des matériaux.

En particulier dans le cas de BT-LCLL, il est évident que la valeur de 4,6 % obtenue dans la zone de décarbonatation (entre 580 °C et 900 °C) est faible par rapport à la valeur obtenue lors de l'essai de perte au feu de 12%. Une comparaison des résultats à partir des données obtenues par l'ATG est faite pour le pourcentage de perte de masse à 750°C et le changement de masse entre 580°C et 900°C. Une augmentation des valeurs de perte de masse est observée à la fois dans le ciment et dans le BT-LCLL (tableau 3.3). Il est à noter que même en faisant ces changements dans l'analyse, il est possible d'obtenir une valeur de perte au feu de 8,1 % pour le BT-LCLL inférieure à 10 % établie par la norme CSA A3003-03.

	Essai perte au feu	Essai ATG		
ECHANTILLON	% Perte au feu	% Masse à 750°C	% Masse entre 580°C et 900°C *	
CIMENT	1,9	2,2	1,4	
LCLL	12,0	8,1	4,6	

Tableau 3.3 Changement de masse par analyse thermique

\* cette zone corresponde à la décarbonatation

## **3.1.5** Diffraction des rayons X (DRX)

Les différents phases minérales ont été identifiés à partir des données et en comparaison avec les différents auteurs dans le cas du ciment (Dhapekar, Majumdar, & Gupta, 2015; Scrivener et al., 2016; Snellings, Salze, & Scrivener, 2014). La figure 3.6 montre dans le ciment les pics compris entre 28 et 35 2 $\Theta$  dans lesquels le C<sub>3</sub>S, le C<sub>2</sub>S sont présents et l'identification du C4<sub>A</sub>F est signalée dans un pic entre 32 et 34 2 $\Theta$ . L'essai de diffraction des rayons X pour le BT-LCLL montre la présence des pics majeurs pour 2 $\Theta$  entre 20° et 40°, certains plans de diffraction sont associés aux composants montrés dans la composition chimique du BT-LCLL. Du fait de la nature qualitative du test, les résultats nous permettent uniquement de confirmer la présence de certains composants déjà identifiés dans la composition des matériaux. Dans le cas du ciment, les différentes phases sont C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF (figure 3.6) et, dans le cas du BT-LCLL, la présence de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (sous forme de corindon), K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (figure 3.7). Cependant, en général, le BT-LCLL peut être considéré comme un matériau hautement amorphe. Ce qui est très bon, car cela devrait être plus réactif.



Figure 3.6 Diffraction de rayons X du ciment anhydre



Figure 3.7 Diffraction de rayons X du BT-LCLL anhydre

## 3.1.6 Microscopie électronique à balayage (MEB) du BT-LCLL

La MEB permet de déterminer une morphologie irrégulière de l'échantillon du BT-LCLL. Les figures 3.8 et 3.9 (a) montrent l'hétérogénéité du matériau avec différentes formes et tailles. Étant donné que le matériau provient d'un processus sur les briques réfractaires de la production d'aluminium, la morphologie inégale peut-être directement associée au processus de broyage effectué en laboratoire. Une analyse de la composition chimique a été faite et bien que le test MEB soit principalement utilisé pour évaluer la morphologie du matériau, l'application de la spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (SDE) permet d'évaluer quantitativement les éléments constitutifs de l'échantillon. Les résultats obtenus pour cette analyse sont présentés dans les figures 3.9 (b) et 3.10 et le tableau (3.4). Les résultats confirment dans une certaine proportion les résultats fournis par Rio Tinto Alcan dans lesquels les composants principaux du matériau correspondent au silicium (Si) et à l'aluminium (Al).



Figure 3.8 Microscopie électronique au balayage du BT-LCLL



Figure 3.9 (a) Microscopie électronique au balayage du BT-LCLL (b) SDE carte avec couleurs



Figure 3.10 Analyse de spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (SDE) du BT-LCLL

L'impact du faisceau d'électrons sur l'échantillon produit des rayons X qui sont caractéristiques des éléments présents sur l'échantillon. Le principe de la quantification repose sur la comparaison entre les intensités élémentaires d'un spectre inconnu et spectre connu (Scrivener et al., 2016). Ensuite, les spectres sont traités dans un ensemble de cartes d'intensité d'élément et ils sont analysés à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images multispectral, dans lequel un algorithme de regroupement est utilisé pour identifier et quantifier des groupes de compositions chimiques s'excluant mutuellement. L'expertise de l'opérateur dans la manipulation de l'équipement joue un rôle très important dans l'identification des composés dans les échantillons (Durdziński, Dunant, Haha, & Scrivener, 2015).

ÉLÉMENT	Si	Al	Na	Ca	Fe	С	S	K	Mg	TOTAL
(%)	44,9	38,7	5,5	5,2	2,7	1,9	0,5	0,4	0,2	100
OXYDES	SiO <sub>2</sub>	$Al_2O_3$	Na <sub>2</sub> O	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	С	SO <sub>3</sub>	<b>K</b> <sub>2</sub> <b>O</b>	MgO	
(%)	47,5	35,8	7,3	3,6	1,9	3,4	0,6	0,2	0,2	100

Tableau 3.4 Quantification des éléments dans le BT-LCLL

Les types d'éléments trouvés correspondent dans une large mesure aux informations présentées dans la composition des matériaux du BT-LCLL. Le calcul des oxydes respectifs a été effectué. Compte tenu de ces résultats, les BT-LCLL ont la conformité avec un 85,2% de la somme de la teneur en SiO<sub>2</sub>, en Al2O<sub>3</sub> et en Fe2O<sub>3</sub> selon les dispositions du standard ASTMC618 qui corresponde au minimum 70%.

3.2 Pâte

#### **3.2.1** Analyse thermogravimétrique (ATG)

La courbe de l'ATG permet de déterminer le changement de la masse en relation à l'augmentation de la température des échantillons. L'essai permet d'évaluer l'évolution du processus d'hydratation à partir du degré d'hydratation ( $\alpha$ ) aux différents jours. Le dérivé de la courbe thermogravimétrique (DTG), permet d'identifier les zones des températures ou la masse présente de variations importantes. La figure 3.11 montre de façon générale l'identification des zones de déshydratation (Ldh), de deshydroxylation (Ldx) et de décarbonatation (Ldc).



Figure 3.11 Délimitation des zones Ldh, Ldx et Ldc Adapté de Deboucha et al (2017) et Pane et al (2005)

Les résultats obtenus de la pâte aux âges de 3 et 56 jours pour les ratios e/l 0,35 et 0,45 sont montrés de la figure 3.12 à la figure 3.15. Les figures aux âges de 7,14 et 28 jours sont montrés dans l'annexe VI. Les valeurs des températures associés aux zones de décomposition ont été calculées pour chaque échantillon. Les valeurs des masses et des températures pour chaque zone sont résumées dans l'annexe V. Le tableau 3.5 résume la plage des températures pour chaque zone.

Zone de décomposition	Range de températures (°C)	Minéraux associés
Déshydratation (Ldh)	105-440	Ettringite et CSH
Deshydroxylation (Ldx)	440-580	Portlandite
Décarbonatation (Ldc)	580-900	Carbonates

Tableau 3.5 Plages des températures pour les zones de décomposition

L'identification des minéraux associés aux courbes a été faite à partir de la revue de littérature. D'autres auteurs ont aussi reporté les produits d'hydratation montrés dans la figure 3.11. Dans la plupart des cas, les résultats des pâtes du ciment avec le BT-LCLL montrent des similitudes dans les zones de décomposition aussi comme des produits d'hydratation (Østnor, Justnes, & Danner, 2015). Comme il n'y a pas de variations significatives dans les courbes pour les différents jours et ratios d'essai dans l'ATG, les pics associés à l'ettringite, le CSH, le CH et le CaCO<sub>3</sub> ont été identifiés uniquement dans le graphique numéro 3.11. L'ettringite et le CSH n'ont pas été calculés en raison du nombre de phases générées dans les zones où l'ettringite et le CSH sont présents (Scrivener et al., 2016). Différencier ces phases des autres nécessite une étude plus détaillée et une meilleure connaissance des types de phases présentés, ainsi que leur identification à l'aide de différentes méthodes d'analyse.



Figure 3.12 Courbes ATG et DTG Ratio 0,35 à 3 jours



Figure 3.13 Courbes ATG et DTG Ratio 0,35 à 56 jours



Figure 3.14 Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 à 3 jours



Figure 3.15 Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 à 56 jours

Le calcul du  $\alpha$  (degré d'hydratation) a été fait à partir du calcul des équations du 3.1 et 3.2 du modèle de Batthy (1988). L'analyse a été faite aux âges de 3,7,14, 28 et 56 jours avec des pourcentages de remplacement du ciment pour le BT-LCLL de 10 % et 20 % sur deux ratios e/l de 0,35 et 0,45.

$$W_b = Ldh + Ldx + 0.41 (Ldc)$$
(3.1)

$$\alpha = \frac{W_b}{0,24} \tag{3.2}$$

Où W<sub>b</sub> correspond à l'eau liée chimiquement pendant le temps. Ldh, Ldx et Ldc correspondent au changement de masse obtenue des courbes ATG pendant les réactions de déshydratation, de deshydroxylation et de décarbonatation. La valeur de 0,41 correspond à un facteur de correction qui permet d'assumer l'eau liée dérivée de la portlandite carbonatée.

La figure 3.16 montre les résultats du degré d'hydratation. Tout d'abord, le calcul de l'eau liée chimiquement a été effectué (W<sub>b</sub>), c'est-à-dire de l'eau qui ne s'évapore pas ou qui est perdue lors du séchage et qui fait partie intégrante de la structure puisqu'elle réagit chimiquement avec les particules de ciment. Dans le calcul du W<sub>b</sub>, les valeurs de décarbonatation dans les matériaux anhydrides ont été soustraites du Ldc proportionnellement au pourcentage utilisé (Pane & Hansen, 2005). Le calcul a été effectué sur la base du changement de poids dans les zones entre 400°C et 500°C pour le CH et entre 580°C et 800°C pour le CaCO<sub>3</sub>. Le changement de poids du CH est attribué au changement d'eau due à la température. En connaissant la quantité d'eau qui s'évapore, il est possible également de connaître la quantité de portlandite. Dans le cas du CaCO<sub>3</sub>, il est décomposé en CaO et CO<sub>2</sub>. Donc, à partir du changement de masse due au changement du CO<sub>2</sub> il est possible de connaitre la quantité de CaCO<sub>3</sub>. Deuxièmement, le degré d'hydratation a été calculé à partir de la valeur de W<sub>b</sub>. Finalement, les valeurs de CH et de CaCO<sub>3</sub> ont été calculées à partir des équations 1.6 et 1.7 respectivement. Les figures 3.17 et 3.18 montrent les figures avec les résultats du CH et du CaCO<sub>3</sub>





Figure 3.17 Pourcentages du CH ratio 0,35 et 0,45 aux différents jours



Figure 3.18 Pourcentages du CaCO3 ratio 0,35 et 0,45 aux différents jours

Le comportement du degré d'hydratation ( $\alpha$ ) aux premiers jours des mélanges avec du BT-LCLL et avec un rapport e/l 0,35 montré dans la figure 3.16 est plus lent dans les premiers 7 jours en comparaison avec le mélange de contrôle. Après 14 jours, le degré ( $\alpha$ ) évolue de façon similaire à l'échantillon de contrôle (1000C0.35) et il présente un degré d'hydratation de 58 %, valeur légèrement supérieure au contrôle. Cependant, le degré d'hydratation avec une addition de 20 % du BT-LCLL est inférieur à tous les âges. Dans le cas du rapport e/l 0,45 (figure 3.16), le comportement du  $\alpha$  dans les mélanges avec le BT-LCLL dans les 3 premiers jours montre une évolution très proche de celle du contrôle (100C0.45). Alors que l'évolution après trois jours du  $\alpha$  est inférieure au contrôle dans les 2 échantillons. Le contenu du CaCO<sub>3</sub> dans les échantillons avec un taux de remplacement de 20 % dans les deux ratios est supérieur aux autres échantillons.

Dû à l'utilisation d'un rapport e/l plus bas, l'hydratation des particules est plus lente qu'au début, car il y a plus de matériaux cimentaires à hydrater. L'inverse se produit avec un rapport e/l plus élevé. À un rapport e/l plus bas, le degré d'hydratation est plus bas aux premiers jours

pour les échantillons avec BT-LCLL en relation avec l'échantillon de contrôle. Le ratio e/l peut influer sur ce résultat car lorsqu'on génère plus de gel de CSH pendant le processus d'hydratation.

Le taux de formation de CH dans le temps est plus faible dans les échantillons avec 10 % du BT-LCLL par rapport aux contrôles. On constate une relation étroite entre le rapport e/l et le pourcentage de remplacement, les échantillons avec un rapport e/l 0.35 montrent un meilleur comportement que les échantillons avec un ratio de 0.45.

Dans le cas de l'article de Deboucha (2017), avec un rapport e/l de 0,35, les pâtes à faible pourcentage de remplacement ont de meilleures conditions d'hydratation. Dans le cas des BT-LCLL avec un rapport e/l de 0,35, une augmentation du degré d'hydratation de 1,2% pour l'échantillon avec 10% de BT-LCLL par rapport au contrôle à 56 jours. Tandis qu'avec 20% de BT-LCLL, le degré d'hydratation est inférieur à 6% du contrôle. Cependant, compte tenu du fait que les matériaux (laitier de haut fourneau et filler calcaire) de l'étude de Deboucha sont différents à ce projet, il est très difficile d'obtenir d'autres types de comparaisons. Le fait que la taille de la particule du BT-LCLL avec un 75% de taille inférieure à 45 µm a une influence dans la consommation lente de la portlandite. De ce fait, la fumée de silice est bien connue dans les ajouts cimentaires, car leur taille inférieure à 1 µm permet une consommation plus accélérée de la portlandite (Benezet & Benhassaine, 1999).

Le degré d'hydratation peut varier car les calculs ont été effectués sur la base que la valeur de 0,24 correspond à la quantité d'eau nécessaire pour hydrater une particule du ciment dans sa totalité. Il faudra pour des futures recherches d'identifier quelle valeur peut être attribue avec l'utilisation de BT-LCLL comme remplacement d'un pourcentage de ciment.

La quantité de CaCO<sub>3</sub> peut être associée aux procédures lors de l'exécution du test. Bien que tout ait été mis en œuvre pour protéger les échantillons d'exposition au dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), il est difficile d'empêcher complètement la contamination de l'échantillon par le CO<sub>2</sub> atmosphérique libre dans le stockage, dans le transport ou au moment de l'utilisation de

l'échantillon dans l'équipement d'analyse. Aussi, la teneur en carbone de 10% présente dans la composition du BT-LCLL peut influencer ce résultat.

#### **3.2.2** Diffraction des rayons X (DRX)

Les principaux phases et composants ont été identifiés pour le ciment et le BT-LCLL dans les figures 3.19 et 3.20 respectivement. La présence du corindon (oxyde d'aluminium cristallin) est notable dans les échantillons avec du BT-LCLL, en particulier dans les échantillons qui ont un pourcentage plus élevé de remplacement. L'essai de diffraction des rayons X sur les pâtes a été réalisé à l'âge de 90 jours pour les mélanges avec les ratios e/l 0,40 et 0,48. L'influence de l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sous la forme de corindon consiste en l'augmentation des concentrations de silice et d'aluminium pendant que la portlandite est réduite. L'aluminium peut aussi apporter des changements significatifs à la structure du gel CSH (Andersen, Jakobsen, & Skibsted, 2003; L'Hôpital, Lothenbach, Le Saout, Kulik, & Scrivener, 2015). D'autres méthodes analytiques sont requises pour analyser le gel CSH.



Figure 3.19 Diffraction des rayons X de l'échantillon au ratio 0,40



Figure 3.20 Diffraction des rayons X de l'échantillon au ratio 0,48

On observe dans la figure 3.21 une augmentation des produits d'hydratation formés dans les échantillons par rapport au ciment anhydre. Une réduction des pics de diffraction maximaux correspondant aux phases principales du ciment est aussi notée. On observe une diminution d'intensité des pics dans les mélanges avec BT-LCLL. On peut déduire que la présence de corindon peut avoir une influence sur cet aspect tel que mentionné antérieurement.



Figure 3.21 Identification de la formation de la portlandite (CH)

Un facteur qui complique l'analyse d'essai de DRX est que les maximums de diffraction des différentes phases peuvent être transposés comme il est montré dans la figure 3.22. Pour l'intervalle compris entre 33,5 °C et 34,5 °C du 20 les phases du ciment identifiées sont le C3S et le C2S, ainsi qu'un produit d'hydratation tel que le CH. Dans ce cas, une méthode quantitative telle que la méthode Rietveld présente une plus grande précision et permet d'identifier plus clairement les phases et les produits d'hydratation (Scrivener, Füllmann, Gallucci, Walenta, & Bermejo, 2004; Snellings et al., 2014).



Figure 3.22 Identification des phases du ciment et du produit d'hydratation

## **3.2.3** Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'objectif de ce test consiste à pouvoir identifier les différents produits d'hydratation comme la portlandite, l'ettringite et le CSH dans les différents échantillons. L'essai MEB a été réalisé à l'âge de 90 jours pour les mélanges avec les ratios e/l 0,40 et 0,48. Les figures 3.23 et 3.24 montrent les résultats. Il existe des composants d'hydratation tels que l'ettringite (figure 3,26), en particulier dans les échantillons contenant 10% de BT-LCLL. Des structures semblables à la portlandite sont observées dans les trois échantillons avec le ratio e/l de 0,40 (figure 3.25).

Dans l'échantillon 100C0.40, des carbonates (figure 3,26) ressemblent à ceux de Gameiro (2011) (figure 3.25). Un facteur pouvant influencer la carbonatation observée est les procédures de stockage des échantillons.

De plus, pour les images 90C10LCLL0.48, 90C10LCLL0.40 et 80C20LCLL0.48, la structure du gel CSH est amorphe, ce qui n'est pas facile à mettre en évidence. La préparation des échantillons doit être améliorée, particulièrement le polissage.



Figure 3.23 Microscopie électronique à balayage ratio e/l 0,48



Figure 3.24 Microscopie électronique à balayage ratio e/l 0,40



Figure 3.25 Identification du CaCO<sub>3</sub> Tire de Gameiro et al (2011)



Figure 3.26 Identification des composants d'hydratation

## 3.3 Mortier

### 3.3.1 Résistance à la compression

La figure 3.27 montre l'évolution des mélanges de la résistance à la compression de mortier aux différents âges d'essai. Par rapport au standard ASTMC618, les valeurs de résistance à la compression pour cet essai doivent être utilisées aux fins de calcul de l'indice de l'activité pouzzolanique. Malgré cela, une tendance peut être observée : des taux de remplacement de 10 % présentent des meilleures résistances que des taux de remplacement plus élevés (20 et 30 %). Les résultats de la résistance à la compression et l'écart type sur les cubes de mortier sont résumés dans l'annexe VII.



Figure 3.27 Résistances à la compression du mortier

## **3.3.2** Indice de l'activité pouzzolanique.

Les résultats de l'indice de l'activité pouzzolanique sont déterminés à partir de l'équation 2.1. Les valeurs sont montrées dans le tableau 3.6. L'indice d'activité pouzzolanique des cubes de mortier 90C10LCLL0.48 donne un résultat de 82% à 7 jours et 86% à 28 jours en référence au mélange du contrôle 100C0.48. Ces pourcentages sont plus élevés que le 75% requis par la ASTMC618. Cependant, aucun résultat n'est supérieur à celui de l'échantillon de contrôle. Dans les cas des échantillons 80C20LCLL0.48 et 70CLCLL0.48, les résultats aux âges d'essais sont inférieurs au 75% requis par rapport à la norme ASTMC618. La norme indique que ce test mesure la réactivité d'une pouzzolane avec du ciment. De plus, elle établit que la valeur de remplacement utilisée pour ce test n'est pas une mesure de la proportion appropriée à utiliser. Les résultats peuvent nous éclairer sur les pourcentages qui pourraient être évalués. Dans ce cas, après la révision des résultats, une analyse a été envisagée dans les pâtes et dans le béton avec des remplacements de 10 % et 20 % du ciment par le BT- LCLL. Par rapport à l'indice d'activité pouzzolanique, les auteurs suggèrent des taux de remplacement différents
selon le type d'addition. Dans le cas des laitiers de haut fourneau allant jusqu'à 70 %, la fumée de silice entre 5 % et 10 % (Toutanji, Delatte, Aggoun, Duval, & Danson, 2004; Zhang, Zhang, & Yan, 2016), le cendres volantes 20 % (Tangpagasit, Cheerarot, Jaturapitakkul, & Kiattikomol, 2005) et la poudre de verre 30% (Pereira-de-Oliveira, Castro-Gomes, & Santos, 2012). Il n'y a pas des consensus sur le pourcentage de remplacement adéquat. Le comportement de chaque matériau doit pouvoir être étudié pour déterminer le potentiel de son utilisation.

ÉCHANTILLON Indice d'activité pouzzolanique 7 J 28 J

Tableau 3.6 Indice d'activité pouzzolanique à 7 et 28 jours

# 7 J 28 J 90C10LCLL0.48 82 % 80C20LCLL0.48 70 % 63 % 70C30LCLL0.48 62 %

## **3.4 Béton avec le BT-LCLL**

Les résultats des essais en état frais (l'affaissement, la teneur en air, la température et la masse volumique) sur le béton sont montrés dans le tableau 3.7. Pour la teneur en air, l'objectif avec l'inclusion d'adjuvants entraineurs d'air était de 7% et il est observé que dans la majorité des cas, la valeur obtenue était d'environ 5%. On peut en déduire que la quantité d'adjuvant utilisée n'était pas suffisante pour atteindre la teneur en air ciblée. Selon d'autres auteurs (Aïtcin & Flatt, 2015; Kosmatka et al., 2011; Mindess et al., 1981), la vibration dans le mélange a un effet inversement proportionnel au contenu en air et à l'affaissement. Dans le cas de l'échantillon 90C10LLL0.48, il pourrait avoir eu un excès de vibration. Dans de futures études, il faut bien contrôler la vibration et identifier d'autres causes qui peuvent affecter la teneur en air.

PROPRIÉTÉS DU BÉTON EN ÉTAT FRAIS							
	Affaissement mm	Teneur en air (%)	Masse volumique (kg/m³)	Température (°C)			
Échantillon	Norme	Norme	Norme				
	A.23.2-5C	A 23.2-4C	A 23.2-6C				
100C0.40	110	5,2	2322	22			
90C10LCLL0.40	92	5,0	2328	23			
80C20LCLL0.40	100	5,2	2332	22			
100C0.48	105	5,0	2396	22			
90C10LCLL0.48	110	9,0	2329	21			
80C20LCLL0.48	58	4,3	2396	22			

Tableau 3.7 Résultats d'essais en état frais

Dans le cas de l'affaissement, la cible établie pour le calcul des mélanges du béton après l'inclusion des adjuvants a été égale à  $100 \pm 25$  mm. Les valeurs obtenues de l'affaissement sont proches de 100 mm, sauf pour l'échantillon 80C20LCLL0.48, alors qui en raison d'une erreur non identifiée dans le processus aurait pu interférer avec le résultat. Les résultats montrent que le béton avec ajouts de BT-LCLL ne montre pas de changements significatifs dans les autres propriétés à l'état frais du béton (masse volumique et température). Une analyse détaillée de l'interaction des différents additifs avec le BT-LCLL sera nécessaire pour explorer le potentiel d'utilisation de ces deux matériaux.

Les figures 3.28 et 3.30 montrent l'évolution de la résistance des mélanges aux différents âges d'essai. Les figures 3.29 et 3.31 montrent l'évolution des échantillons avec BT-LCLL par rapport aux échantillons de contrôle 100C0.40 et 100C0.48 respectivement. Les résultats de résistance à la compression et l'écart type sur le béton pour les ratios e/l 0,40 et 0,48 sont montrés dans le tableau de l'annexe VIII. L'objectif de l'évaluation de la résistance à la compression jusqu'à 180 jours est dû au fait que l'évolution des ajouts n'est pas le même dans

tous les cas. Certains ajouts peuvent présenter une réaction favorable à 28 jours, alors que d'autres n'observent son évolution qu'après 90 jours (Kosmatka et al., 2011).

Les courbes dans les figures 3.28 et 3.30 montrent une tendance de gain de résistance avec le temps. L'échantillon 90C10LCLL0.40 montre une amélioration de 1% de la résistance à la compression à l'âge de 150 jours par rapport au contrôle (figure 3.29), ce qui est aussi dans la marge d'erreur du test. Cependant, l'échantillon 90C10LCLL0.48 a une faible réduction de la résistance à la compression a tous les âges par rapport au contrôle, ce qui peut être attribué à la teneur en air de 9%. La résistance à la compression peut être réduit d'environ 2 % à 6 % en raison de l'augmentation de l'air incorporé (Kosmatka et al., 2011). La résistance à la compression est plus faible par rapport au contrôle dans les échantillons avec 20% de BT-LCLL. Dans ce cas, les résultats de résistance à la compression sont en moyenne inférieurs au contrôle de 8% dans les mélanges de rapport e/l de 0,40 et de 16% dans les mélanges de rapport e/l de 0,48. Une fois encore, il est observé que les mélanges avec BT-LCLL avec un rapport e/l de 0,40 et surtout avec 10% de remplacement présentent de meilleurs résultats par rapport à l'échantillon témoin. Dans le cas d'autres ajouts cimentaires, Toutanji (2004) reporte une utilisation de 8 % pour la fumée de silice et jusqu'à 70 % pour le laitier de haut fourneau (Toutanji et al., 2004). Dans les cas des cendres de balle de riz, un pourcentage de remplacement jusqu'à 30 % est reporté (Bui, Chen, Hwang, & Wu, 2012).

Les résistances visées à 28 jours pour les rapports e/l 0,40 et 0,48 sont 39 et 43 MPa respectivement. Les échantillons avec un taux de remplacement des BT-LCLL de 10% atteignent la résistance visée à 28 jours. Dans le cas des échantillons avec un taux de remplacement des BT-LCLL de 20%, seule la valeur de la résistance visée à 28 est atteinte jusqu'à après 56 jours.



Figure 3.28 Résistances à la compression du béton ratio e/l 0,40



Figure 3.29 Pourcentages de résistance par rapport au contrôle ratio e/l 0,40



Figure 3.30 Résistances à la compression du béton ratio e/l 0,48



Figure 3.31 Pourcentages de résistance par rapport au contrôle ratio e/l 0,48

Il convient de noter que certaines sources d'erreur peuvent affecter ces résultats. Pendent cette recherche, des sources d'erreur humaine auraient pu être présentées, dues à la manipulation d'échantillons par différentes personnes, le traitement et le stockage des échantillons. La

disposition des échantillons dans la chambre humide n'était pas la même tout au long du processus. Bien que la chambre humide dispose de contrôles d'humidité et de température, il existe des variations selon leur emplacement. De la même manière, la nature des différents types d'échantillons stockés dans la chambre humide pourrait influencer les processus d'hydratation des échantillons. Concernant les matériaux, malgré les précautions nécessaires, les matériaux peuvent changer d'un sac à l'autre en raison de la façon et de la durée de stockage.

## 3.5 Résumé de la conformité comme ajout cimentaire

Selon les tests effectués sur le BT-LCLL, un résumé des résultats et de leur conformité aux normes sur les ajouts cimentaires est présenté dans le tableau pour les échelles de la poudre et du mortier (tableau 3.8)

Caractéristique		Valeur norme (%)	Valeur obtenue (%)	Conformité	Norme	Commentaires	
Perte au feu		10	12	NON	CSA A3003-03 et ASTMC618	L'ATG montre une perte au feu qui correspond à 8,1 %, ce qui est conforme.	
Somme SiO2/Al2O3/Fe2O3		70	71,2	OUI	ASTMC618	Évaluation faite sur l'analyse de Rio Tinto 2 (tableau 3.1)	
		70	85,2	OUI		Évaluation faite à partir des données test MEB-SDE	
% maximal de retenue 45 μm	matière	34	25	OUI	CSA A3003-03		
Indice d'activité pouzzolanique	Mortier à 7 jours	75	82	OUI	ASTMC618	Le résultat est lié au pourcentage	
	Mortier à 28 jours	75	86	OUI	CSA A3003-03 et ASTMC618	LCLL. Dans ce cas de 10%	

Tableau 3.8 Conformité du BL-LCLL comme ajout cimentaire

## CONCLUSION

En conclusion, il est important de mettre en valeur l'évaluation d'un matériau comme les BT-LCLL qui n'a pas encore été évalué en tant qu'ajout cimentaire. De plus, l'innovation dans l'introduction d'analyses telles que le MEB et l'ATG dans le département de génie de la construction de l'ÉTS.

Cette recherche a permis d'évaluer la potentielle utilisation des brasques traitées par le procédé LCLL comme ajout cimentaire. Les principales conclusions qui peuvent être tirées de ce travail de recherche sont organisées en fonction des objectifs établis.

## 1) Caractérisation chimique et physique du BT-LCLL

La composition chimique du BT-LCLL est basée sur un système Si/Al principalement. Par rapport aux exigences chimiques établies par la norme ASTMC618 pour les pouzzolanes naturelles crues ou calcinées (classe N), la somme de la teneur en SiO<sub>2</sub>, en Al2O<sub>3</sub> et en Fe2O<sub>3</sub> doit dépasser la valeur minimale requise de 70%. Selon la deuxième analyse de la composition chimique, la valeur obtenue est de 71,2%, ce qui donne la conformité aux exigences de la norme.

L'analyse chimique effectuée avec le microscope électronique à balayage (SEM-EDS) a permis d'identifier dans le BT-LCLL, les composants chimiques suivant: Si (44,9%), Al (38,7%), Na (5,5%), Ca (5,2%), Fe (2,7%), C (1,9%), S (0,5%), K (0,4%) et Mg (0,2%). Les BT-LCLL sont conformes selon les critères du standard ASTM C618 concernant la somme des teneurs en SiO<sub>2</sub>, en Al2O<sub>3</sub> et en Fe2O<sub>3</sub>, ce qui correspond à un total de 85,2% en masse.

La procédure de broyage pour l'utilisation du BT-LCLL comme ajout cimentaire est une variable critique dans la conformation appropriée des mélanges de béton. Dans ce cas, le matériau retenu après le broyage des BT-LCLL dans la taille de 45 µm était de 25%, ce qui est conforme au standard CSA A3003-03.

Dans le cas du BT-LCLL le pourcentage de la perte au feu est supérieur par rapport au maximum établi par la norme CSA A3003-03 (10%), ce qui montre un excès de quantité d'humidité et/ou à impuretés indésirables dans le produit. Cependant, l'analyse par l'ATG permet la conformité avec une valeur de 8.1 %. La méthode d'analyse pour déterminer la perte au feu doit être évaluée, étant donné que le choix de la méthode d'analyse affecte les résultats. Les résultats qualitatifs de l'essai DRX sur les échantillons du ciment et du BT-LCLL ont permis d'identifier dans le cas du ciment les quatre phases principales (C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A et C<sub>4</sub>AF) et dans le cas du BT-LCLL les principaux composants (SiO<sub>2</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

Les résultats du test au microscope électronique au balayage ont présenté une morphologie irrégulière dans les échantillons BT-LCLL, du fait que différentes formes et tailles de particules pouvaient être observées dans les échantillons de poudre. Ceci est principalement dû au processus de broyage effectué.

## 2) Évaluation de l'activité pouzzolanique du BT-LCLL

Avec un taux de remplacement de 10% du BT-LCLL et par rapport à la CSA-A-3000, le BT-LCLL présente une conformité à l'indice d'activité pouzzolanique avec 86 % à 28 jours. Les standards CSA A3003-03 et l'ASTMC618 requièrent un indice supérieur à 75% à 28 jours.

# 3) Évaluation de l'impact BT-LCLL dans le degré d'hydratation des pâtes aux différents âges

L'évaluation qualitative du test ATG a permis d'établir que les plages de températures de chaque zone de décomposition obtenues dans le cas du BT-LCLL sont similaires pour tous les échantillons analysés (différents pourcentages d'addition et différents rapports e/l). De plus, ces valeurs montrent des similitudes avec celles rapportées dans la littérature pour différents ajouts cimentaires.

Les tests ATG ont montré que le degré d'hydratation de la pâte s'améliorait avec le temps pour l'échantillon avec un taux de remplacement de 10% du ciment par BT-LCLL et le rapport e/l le plus faible (0,35).

Les tests ATG ont également montré que la quantité de portlandite diminuait dans les pâtes avec BT-LCLL par rapport à la pâte témoin. En fonction de l'analyse réalisée, les résultats qualitatifs du DRX montrent que l'intensité du pic associé à la portlandite est plus faible que pour les pâtes avec du BT-LCLL, par rapport à la pâte témoin. Ce qui correspond à des concentrations plus faibles

Lors des tests DRX sur les pâtes ajoutées avec BT-LCLL, il a été possible d'identifier les principaux produits d'hydratation également présents dans le ciment hydraté : C-S-H, portlandite et ettringite. De la même manière, il a été observé qu'il restait de l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dans le BT-LCLL hydraté, ce qui pouvait entraîner des changements importants dans la structure du C-S-H. D'autres études sont nécessaires pour comprendre les changements de structure.

## 4) Évaluation de l'influence des BT-LCLL dans les propriétés du béton à l'état frais et durci

La teneur en air des mélanges de béton fabriqués était similaire dans la plupart des cas (autour de 5%), à l'exception du mélange avec un rapport e/l de 0,48 et 10% de remplacement de ciment par BT-LCLL. Ce mélange avait une teneur en air à l'état frais plus élevée (9%), ce qui a eu un impact sur la résistance.

L'affaissement à l'état frais des échantillons était similaire pour la plupart des mélanges (environ 100 mm), à l'exception du béton avec un rapport e/l de 0,48 et remplacement de 20% de ciment par BT-LCLL. L'affaissement dans ce cas n'était que de 58 mm.

La masse volumique à l'état frais pour tous les bétons évalués dans la présente étude se situait dans la gamme des valeurs établies dans la littérature pour un béton conventionnel (entre 2200 et 2400 kg /m<sup>3</sup>).

Dans les échantillons de béton additionnés avec BT-LCLL et un rapport e/l élevé (supérieur à 0,4), n'est pas aussi apparente augmentation de résistance à la compression à long terme.

La consommation par mètre cubique des BT-LCLL avec un taux de remplacement de 10% et un ratio e/10,35 correspond à 40 kg/m<sup>3</sup>.

En somme, le BT-LCLL est un ajout cimentaire prometteur.

## RECOMMANDATIONS

## 1) Conditions expérimentales

Effectuer un processus de broyage plus standardisé et en plus grande quantité, afin d'obtenir un matériau plus homogène, car la taille des particules a une influence sur les processus d'hydratation.

En fonction du volume d'échantillons du béton à réaliser, définir des volumes faciles à gérer, dans lesquels il n'est pas nécessaire de faire interagir plus de 2 personnes lors de la préparation des échantillons afin de minimiser leur manipulation.

Contrôler le processus de stockage des échantillons. Si possible, isoler tous les échantillons des autres matériaux présents dans la chambre humide

Établir une procédure permettant aux étudiants, dès le début de leur recherche, de disposer de matériaux tels que des granulats, du ciment et des additifs indépendants des cours programmés dans le laboratoire. Ainsi que de meilleures pratiques pour le contrôle du stockage de ces matériaux.

Dans le cas d'équipements très complexes dans son fonctionnement (essai MEB). Avoir au moins 2 personnes ayant une connaissance et une expertise de la gestion de l'équipement et des matériaux utilisés.

Mieux contrôler la quantité d'air dans les bétons.

## 2) Meilleure valorisation des BT-LCLL

Évaluer le degré d'hydratation en tenant compte l'utilisation des brasques dans la valeur de 0,24 de l'équation du degré d'hydratation.

À partir de l'étude par DRX, effectuer une étude approfondie du BT-LCLL en tirant parti de l'outil modèle de Rietveld pour quantifier et différencier tous ses composants.

Utiliser les normes et standards sur les fillers pour déterminer la conformité du BT-LCLL.

Faire l'évaluation des BT-LCLL dans des mélanges ternaires pour évaluer sa performance avec d'autres ajouts cimentaires.

## ANNEXE I

## FIGURES D'ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE RATIOS E/L 0,40 ET 0,48



Figure-A I-1Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 100C0.48



Figure-A I-2 Courbes ATG et DTG 90C10LCLL0.48



Figure-A I-3 Courbes ATG et DTG 80C20LCLL0.48



Figure-A I-4 Courbes ATG et DTG 100C0.40



Figure-A I-5 Courbes ATG et DTG 90C10LCLL0.40



Figure-A I-6 Courbes ATG et DTG 80C20LCLL0.40

## ANNEXE II

## FICHES TECHNIQUES ADJUVANTS

The Eucled Chemical Company		÷
EUCON AIR MAC12		
AGENT ENTRAÎNEUR D'AIR POUR LE BÉTON	EUCLID CANADA	
Description		g
EUCON AIR MAC12 est conqui pour être utilisé à time o et est fabriqué dans des conditions rigoursusement o précise. EUCON AIR MAC12 ajoute des butles d'er mis les types de béton, y compris dans les formulations po de l'air EUCON AIR MAC12 ne contient pas d'ions de c	d'adjuvant entraîneur d'air dans toue les types de béton ontrôlèse, os qui acoure une performance uniforme et notoopiques dans le béton et peut être utilisé dans tous ur lesquelles il est traditionnéllément difficile d'entraîner hiorure ajoutés qui favoriseraient la corrosion de l'aclet	IKAINEUKS
DOMAINES D'APPLICATION		5
Béton prémétangé	Béton de revétement	÷.
Béton structural     Béton de mante	Béton extérieur counts aux cycles de gél/dégél	
- Linear and Linear		
CARACTÉRISTIQUES/AVANTAGES	A CONTRACTOR CONTRACTOR	
<ul> <li>Produit un réceau de bullec d'air ctable clans lequel la taille des tuilles et l'espanement entre les bulles.</li> </ul>	<ul> <li>Augmente la réplotance du béton aux pelo déployante, aux attaques des suffates et à l'equi</li> </ul>	_
oont adéquate	cogregative	
· Le réceau de bulles d'air amélioré protège le béton	<ul> <li>Réduit le recourge et la pigrégation du béton</li> </ul>	
contre les dominages causés par les cycles de gel/ dégel répéstifs	<ul> <li>Réduit la quantité d'eau de gâchage requise par mêtre cube de béson et améliore sa maniabilité</li> </ul>	
Données techniques	Contraction in American Contraction Contraction	
Données d'ingénierie typiques		10
Denoité relative		5
Soldes		
pH		5
EUDON AIR MAC12 etit une solution aqueuse compor compatible avec toute la gamme des adjuvants llucid a caloum, des adjuvants réducteurs d'eau, des retardates	tée de produits chimiques synthétiques. Le produit est elles mélanges de béson qui contiennent du chiorure de urs ou des superplastifiants	
Emballage		
EUCON AIR MAC12 ect offert en vrac, en contenanto 29 litres	de 1000 litres, en baniz de 205 litres et en peaux de	
Durfz or conservation		5
Deux ano dans son contenant d'origine non ouvert.		0.50
SPECIFICATIONS/CONFORMITES		10.10
ELICIDA ALE MACTO estadat du sumand les existences	data and differentiation and destroyed a	88
ASTM C 260	sea aprovincemente portarinte .	-
AASHTO M 154		2
EUCON AIR MAC12 est approuve par les ministères de	a Transporto du Quebec et de l'Ontario.	
2835, bool. Grands Alkie • Saint-Hubert (Qniller): MT 284		

#### MODE D'EMPLOI

EUCON AIR MAC12 est typiquement utilisé à des docages de 6 à 260 ml par 100 kg de liant. Afin d'obtenir la teneur en air désirée, la quantité d'EUCON AIR MAC12 à utiliser variers en fonction du type de ciment, de la finesse du sable, de la température ambiante et du béson, de la formulation, des autres adjuvanta, des ajouts cimentaires, du type d'équipement de malaxage, etc. Les mélanges de béton doivent être testés de façon régulière afin de confirmer la présence d'une teneur en air adéquate. EUCON AIR MAC12 doit être ajouté avec la première eau de gâchée ou directement au sable afin d'obtenir une performance maximale.

#### PRÉCAUTIONS/LIMITATIONS

- Veuillez consulter votre représentant Euclid afin de connaître les ajustements de dosage requis lorsque de la cendre volante, du laitier de haut fourneau ou des superplastifiants sont utilisés.
- Ajouter au mélange séparément des autres adjuvants.
- · Protéger EUCON AIR MAC12 du gel.
- · Ne pas agiter avec de l'air ou avec une lance à air.
- Un entraînement de l'air excessif réduira les résistances à la compression et à la flexion. Pour cette raison, il est recommandé de procéder régulièrement à des essais.
- Toujours consulter la fiche de données de sécurité avant l'utilisation.

Revision : 11.14

GARANTE: Eucle General, Euclei, generit informent di specializzatione que se produit sont sen diffuer de mainle to de man-d'ourse pandet si mois à part le face. À more d'ère autoble partient que se produit sont sen diffuer de mainle to de man-d'ourse pandet si mois à part le face. À more d'ère autoble partient que se produit sont sen diffuer de mainle to de man-d'ourse pandet si mois à part le face. À more d'ère autoble partient que se produit sont sen diffuer de mainle to de man-d'ourse pandet si mois à part le face. À more d'ère autoble partient que se parties. Els Autoble Dirie d'autoble value d'autoble de l'autoble d'autoble de l'autoble de l'autoble d'autoble d'autoble d'autoble d'autoble d'autoble de l'autoble d'autoble Trans d'autoble d'autoble



#### EMBALLAGE

PLASTOL 341 est offert en vrac, en comenants de 1000 litres, en barilo de 205 litres et en seaux de 20 litres.

#### DURÉE DE CONSERVATION

Un an dans son contenant d'origine non ouvert.

#### SPÉCIFICATIONS/CONFORMITÉS

PLASTOL 341 patiefait aux exigences des normes puivantes, ou les turpasse :

- · ASTM C 494, adjuvants de type A et F
- · AASHTO M 194
- PLASTOL 341 ect certifie à la norme ANSI/NSF STD 61.
- PLASTOL 341 est approuvé par les ministères des Transports du Québec (MTQ) et de l'Ontario (MTO).

#### MODE D'EMPLOI

PLASTOL 341 est typiquement utilisé à des docages de 130 à 650 ml par 100 kg de liant. Les dosages recommandés dépendent des caractéristiques des matériaux utilisés dans la formulation. Des dosages supérieurs cont acceptables si des essais préalables sont réalisés et que des confirmations sont obtenues quant à la performance désirée avec les matériaux précis qui seront utilisés.

PLASTOL 341 doit être ajouté à l'eau de gâchage initiale, lorsque possible. Le produit ne doit pas entrer en contact avec du liant sec ou d'autres adjuvants avant que ces derniers ne soient mélangés à la gâchée de béton.

Il est fortement recommandé de procéder à des essais our site afin d'optimiser les plages de dosage et la performance avec les matériaux locaux.

PLASTOL 341 est compatible avec la plupart des adjuvants, y compris les agents entraîneurs d'air, les accélérateurs, la plupart des réducteurs d'eau, les retardateurs, les réducteurs de retrait, les inhibiteurs de corrocion, les modificateurs de viscosité et la silice micronisée; toutefois, shaque matériau devrait être ajouté au béton séparément.

#### PRÉCAUTIONS/LIMITATIONS

· PLASTOL 341 doit demeurer à l'abri du pel.

- Ne pas agiter avec de l'air.
- Ajouter au mélange de béton séparément des autres adjuvants.
- Toujours consulter la fiche de données de sécurité avant l'utilisation.

Revision : 11.14

EARLINE TELES Canada (Succe), grants a topological explosition data to probable port tant distants in de marker in de marker (Succe) parter si mod 2 parts e lando 2 parts distants e factore parter si mod 2 parts e lando 2 parts distants e lando e

## ANNEXE III

## CALCULS DE MÉLANGES DU BÉTON

Projet	BT-LCLL/ÉTS			
Mélange	100C0.40			
Paramètres	initiaux	1		
Liants	483			
Rapport E/L	0.4			
Volume Granulat	0.59			
% Air	7%			
Volume gâché	58			
Matériau	kg/m³	Quantité gâchée		
<b>.</b>		kg		
Liants				
GU(10)	483	28.0		
BT-LCLL	0			
Eau	193	11.2		
Gros agrégats				
5-14 mm	939	54.4		
Agrégats fins				
Sable 0-55 mm	640	37.1		
Masse volumique	2254			
Affaissement cible (mm) Teneur en air (%) Résistance minimale à 28 i (MPa)	$100 \pm 25 \text{ mm}$ 5 - 8 % 43	Paramètres cible avec l'utilisation des adjuvants		
	ī			

Figure-A III-1 Calculs du mélange de béton 100C ratio e/l 0,40

Projet	BT-LCLL/ÉTS			
Mélange	90C10LCLL0.40			
Paramètres in	nitiaux			
Liants	483			
Rapport E/L	0.4			
Volume Granulat	0.59			
% Air	7%			
Volume gâché	58			
Matériau	kg/m³	Quantité gâchée		
I jante		kg		
GU(10) (90 %)	434	25.2		
BT-LCLL (10 %)	48	2.8		
Eau	193	11.2		
Gros agrégats				
5-14 mm	939	54.4		
Agrégats fins				
Sable 0-55 mm	633	36.7		
Masse volumique	2247			
Affaissement cible (mm) Teneur en air (%) Résistance minimale à 28 i (MPa)	$100 \pm 25 \text{ mm}$ 5 - 8 % 43	Paramètres cible avec l'utilisation des adjuvants		
	10	des aujuvants		

Figure-A III-2Calculs du mélange de béton 90C10LCLL ratio e/l 0,40

Projet	BT-LCLI	/ÉTS	
Mélange	80C20LCLL0.40		
Paramàtras	initiauv		
Liants	483		
Rapport E/L	0.4		
Volume Granulat	0.59		
% Air	7%		
Volume gâché	58		
Matériau	kg/m³	Quantité gâchée	
Liants		Кд	
GU(10) (80 %)	386	22.4	
BT-LCLL (20 %)	97	5.6	
Eau	193	11.2	
Gros agrégats			
5-14 mm	939	54.4	
Agrégats fins			
Sable 0-55 mm	626	36.3	
Masse volumique	2240		
Affaissement cible (mm) Teneur en air (%) Résistance minimale à 28 j (MPa)	$100 \pm 25 \text{ mm}$ 5 - 8 % 43	Paramètres cible avec l'utilisation des adjuvants	

Figure-A III-3 Calculs du mélange de béton 80C20LCLL ratio e/10,40

Projet	BT-LCLL/ÉTS			
Mélange	Mélange 100C0.48			
Paramètres in	itiaux			
Liants	402			
Rapport E/L	0.48			
Volume Granulat	0.59			
% Air	7%			
Volume gâché	58			
Matériaux	kg/m³	Quantité gâchée		
		kg		
Liants				
GU(10)	402	23.3		
BT-LCLL	0			
Eau	193	11.4		
Gros agrégats				
5-14 mm	939	54.6		
Agrégats fins				
Sable 0-55 mm	709	41.3		
Masse volumique	2243			
Affaissement cible (mm) Teneur en air (%) Résistance minimale à 28 j (MPa)	$     100 \pm 25 \text{ mm} \\     5 - 8 \% \\     39 $	Paramètres cibles avec l'utilisation des adjuvants		

Figure-A III-4 Calculs du mélange de béton 100C ratio e/l 0,48

Projet	BT-LCLL/ÉTS				
Mélange	90C10LCLL0.48				
Paramètres init	tiaux				
Liants	402				
Rapport E/L	0.48				
Volume Granulat	0.59				
% Air	7%				
Volume gâché	58				
Matériaux	kg/m³	Quantité gâchée			
		kσ			
Liants		***			
Liants GU(10) (90 %)	362	21.0			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %)	362 40	21.0 2.3			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %) Eau	362 40 193	21.0 2.3 11.2			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %) Eau Gros agrégats	362 40 193	21.0 2.3 11.2			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %) Eau Gros agrégats 5-14 mm	362 40 193 939	21.0 2.3 11.2 54.4			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %) Eau Gros agrégats 5-14 mm Agrégats fins	362 40 193 939	21.0 2.3 11.2 54.4			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %) Eau Gros agrégats 5-14 mm Agrégats fins Sable 0-55 mm	362 40 193 939 704	21.0 2.3 11.2 54.4 40.8			
Liants         GU(10) (90 %)         BT-LCLL (10 %)         Eau         Gros agrégats         5-14 mm         Agrégats fins         Sable 0-55 mm         Masse volumique	362 40 193 939 704 2237	21.0 2.3 11.2 54.4 40.8			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %) Eau Gros agrégats 5-14 mm Agrégats fins Sable 0-55 mm Masse volumique Affaissement cible (mm)	362 40 193 939 704 2237 100 ± 25 mm	21.0 2.3 11.2 54.4 40.8 Paramètres cibles			
Liants GU(10) (90 %) BT-LCLL (10 %) Eau Gros agrégats 5-14 mm Agrégats fins Sable 0-55 mm Masse volumique Affaissement cible (mm) Teneur en air (%)	$     \begin{array}{r}       362 \\       40 \\       193 \\       939 \\       704 \\       2237 \\       100 \pm 25 \text{ mm} \\       5 - 8 \%     \end{array} $	21.0         2.3         11.2         54.4         40.8         Paramètres cibles avec l'utilisation des			

Figure-A III-5 Calculs du mélange de béton 90C10LCLL ratio e/l 0,48

Projet	BT-LCLL/ÉTS			
Mélange	80C20L	CLL0.48		
Paramètres in	itiaux			
Liants	402			
Rapport E/L	0.48			
Volume Granulat	0.59			
% Air	7%			
Volume gâché	58			
Matériaux	kg/m³	Quantité gâchée		
		kg		
Liants				
GU(10) (80 %)	322	18.7		
BT-LCLL (20 %)	80	4.7		
Eau	193	11.2		
Gros agrégats				
5-14 mm	939	54.4		
Agrégats fins				
Sable 0-55 mm	698	40.5		
Masse volumique	2232			
Affaissement cible (mm)	$100 \pm 25 \text{ mm}$	Paramètres cibles		
Teneur en air (%)	5 - 8 %	avec l'utilisation des		
Résistance minimale à 28 j (MPa)	39	adjuvants		

Figure-A III-6 Calculs du mélange de béton 80C20LCLL ratio e/l 0,48

## ANNEXE IV

## CALCUL DE LA PERTE AU FEU

PERTE AU FEU							
PROJET	BT	-LCLL / ÉTS					
Material	BT-LCLL	Data	20 avril 2017				
Founisseur	RIO TINTO ALCAN	Date	20 aviii 2017				
Temperature calcination	750°C	Nom essai	Perte au feu				
Poids creusete	35.75 g	Après les 15 mir	n, peser				
Poids creusete + échantilloi	36.75 g	l'échantillon.					
Poids échantillon +		- Laisser l'echan	tillon pendant 5				
creusete après 15 min à		min de nouveau	à 750°C.				
750°C	36.64 g	- Pesser de nouveau.					
Poids échantillon +	- Repetéz jusq'au masse						
creusete avec 5 min de		constante					
plus à 750°C	36.63 g						
Poids échantillon +							
creusete avec 5 min de							
plus à 750°C	36.63 g						
Poids échantillon +							
creusete avec 5 min de							
plus à 750°C	36.63 g						
Masse de l'échantillon	1.00 g	Perte au feu					
Masse de l'échantillon		12	2%				
brulé	0.88 g						
PERTE AU FEU							
Perte au feu $= \frac{masse \ de \ l'échantillon \ -masse \ de \ l'échantillon \ brulé}{masse \ de \ l'échantillon}$							

Figure-A IV-1Calcul de la perte au feu du LCLL

## ANNEXE V

## RÉSULTATS DES TEMPÉRATURES ET MASSES OBTENUES DANS L'ATG POUR LES RATIOS 0,35 ET 0,45

ÉCHANTILLON	Ldh entre 105°C et 400°C		Ldx entre 580° MASSE	Ldx entre 400°C et 580°C MASSE (mg)		Ldc entre 580°C et 900°C	
	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin	
100C0.353J	64,77	59,58	59,58	57,28	57,28	55,62	
100C0.357J	66,62	60,84	60,84	58,33	58,33	56,27	
100C0.3514J	67,80	61,77	61,77	59,14	59,14	57,22	
100C0.3528J	57,47	52,07	52,07	49,81	49,81	47,66	
100C0.3556J	54,99	49,22	49,22	47,19	47,19	45,21	
90C10LCLL0.353J	71,84	66,25	66,25	64,13	64,13	61,77	
90C10LCLL0.357J	67,89	62,45	62,45	60,93	60,93	57,49	
90C10LCLL0.3514J	68,51	61,87	61,87	59,51	59,51	57,17	
90C10LCLL0.3528J	70,14	63,25	63,25	60,68	60,68	58,05	
90C10LCLL0.3556J	65,32	58,33	58,33	55,94	55,94	53,21	
80C20LCLL0.353J	72,93	67,93	67,93	66,07	66,07	63,06	
80C20LCLL0.357J	67,98	62,41	62,41	60,60	60,60	57,77	
80C20LCLL0.3514J	70,41	64,32	64,32	62,44	62,44	59,15	
80C20LCLL0.3528J	66,15	60,24	60,24	58,40	58,40	55,34	
80C20LCLL0.3556J	63.93	57.62	57.62	55.98	55.98	52.77	

Tableau-A III-1 Valeur des masses mesurées dans l'ATG ratios e/l 0,35

ÉCHANTILLON	Ldh entre 105°C et 400°C		Ldx entre 580° MASSE	Ldx entre 400°C et 580°C MASSE (mg)		Ldc entre 580°C et 900°C	
	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin	
100C0.453J	62,34	57,61	57,61	55,47	55,47	52,99	
100C0.457J	54,16	49,42	49,42	47,42	47,42	45,62	
100C0.4514J	62,16	56,28	56,28	53,79	53,79	51,78	
100C0.4528J	51,73	46,40	46,40	44,13	44,13	42,08	
100C0.4556J	66,97	58,91	58,91	56,28	56,28	53,84	
14C10LCLL0.453J	62,19	57,32	57,32	55,43	55,43	52,97	
14C10LCLL0.457J	56,46	51,65	51,65	50,03	50,03	47,68	
14C10LCLL0.4514J	69,19	63,00	63,00	60,45	60,45	57,78	
28C10LCLL0.4528J	67,82	61,18	61,18	58,73	58,73	55,65	
90C10LCLL0.4556J	67,48	59,76	59,76	57,58	57,58	54,37	
80C20LCLL0.453J	58,73	54,20	54,20	52,61	52,61	49,82	
80C20LCLL0.457J	57,43	52,82	52,82	51,19	51,19	48,44	
80C20LCLL0.4514J	61,48	55,79	55,79	53,82	53,82	50,86	
80C20LCLL0.4528J	56,19	50,30	50,30	48,50	48,50	45,60	
80C20LCLL0.4556J	57,31	50,94	50,94	49,04	49,04	46,01	

Tableau-A III-2 Valeurs de masses mesurées dans l'ATG ratios e/l 0,45

ÉCHANTILLON	Ldh entre 105°C et 400°C		Ldx entre 400°C et 580°C TEMPÉRATURE (°C)		Ldc entre 580°C et 900°C	
	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin
100C0.353J	122	402	402	582	582	900
100C0.357J	124	402	402	565	565	900
100C0.3514J	127	407	407	579	579	900
100C0.3528J	128	408	408	570	570	900
100C0.3556J	121	413	413	565	565	900
90C10LCLL0.353J	121	410	410	590	590	900
90C10LCLL0.357J	123	435	435	616	616	900
90C10LCLL0.3514J	120	422	422	608	608	900
90C10LCLL0.3528J	126	420	420	609	609	900
90C10LCLL0.3556J	123	410	410	576	576	900
80C20LCLL0.353J	126	406	406	576	576	900
80C20LCLL0.357J	120	408	408	580	580	900
80C20LCLL0.3514J	125	409	409	572	572	900
80C20LCLL0.3528J	122	410	410	573	573	900
80C20LCLL0.3556J	123	413	413	568	568	900

Tableau-A III-3Valeurs de températures obtenues dans l'ATG ratios e/l 0,35

ÉCHANTILLON	Ldh entre 105°C et 400°C		Ldx entre 400°C et 580°C TEMPÉRATURE (°C)		Ldc entre 580°C et 900°C	
	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin	Tdébut	Tfin
100C0.453J	131	408	408	572	572	900
100C0.457J	126	408	408	563	563	900
100C0.4514J	130	413	413	576	576	900
100C0.4528J	129	407	407	585	585	900
100C0.4556J	125	419	419	571	571	900
90C10LCLL0.453J	123	410	410	588	588	900
90C10LCLL0.457J	122	414	414	587	587	900
90C10LCLL0.4514J	134	418	418	594	594	900
90C10LCLL0.4528J	135	414	414	579	579	900
90C10LCLL0.4556J	125	426	426	574	574	900
80C20LCLL0.453J	120	405	405	577	577	900
80C20LCLL0.457J	126	406	406	569	569	900
80C20LCLL0.4514J	124	415	415	574	574	900
80C20LCLL0.4528J	121	410	410	577	577	900
80C20LCLL0.4556J	124	412	412	576	576	900

Tableau-A III-4Valeurs de températures obtenues dans l'ATG ratios e/l 0,45

## ANNEXE VI

## INFORMATION OBTENUE DE L'ANALYSE THERMOGRAVIMÉTRIQUE



Figure-A VI-1 Courbes ATG et DTG Ratio 0,35 à 7 jours



Figure-A VI-2 Courbes ATG et DTG Ratio 0,35 à 14 jours



Figure-A VI-3 Courbes ATG et DTG Ratio 0,35 à 28 jours



Figure-A VI-4 Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 à 7 jours


Figure-A VI-5 Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 à 14 jours



Figure-A VI-6 Courbes ATG et DTG Ratio 0,45 à 28 jours

## 3) CALCULS ET RÉSULTATS DU Wb,a.

Calcul du Wb et  $\alpha$ 

 $W_b = Ldh + Ldx + 0.41 (Ldc)$ 

Dans le calcul du Ldc il est soustrait le pourcentage de la décarbonatation des matériaux anhydrides (Ldcma).

Ciment = 1,4%  
BT-LCLL= 4,6%  
$$W_b = 7,6 + 3,4 + 0,41 (4,0 - 1,4)$$
  
 $\alpha = \frac{W_b}{0,24}$ 

Pour les mélanges ratio 0,35 à 3 jours

#### 100C

 $W_b = 12.07\%$ 

 $\alpha = 50,3\%$ 

# 90C10LCLL

 $W_b = 7.8 + 3.0 + 0.41 (4.0 - ((1.4 * 0.9) - (4.6 * 0.10)))$  $W_b = 11.79\%$  $\alpha = 49.1\%$ **80C20LCLL** 

 $W_b = 7,7 + 2,7 + 0,41 (4,7 - ((1,4 * 0,9) - (4,6 * 0,10)))$  $W_b = 11,53\%$  $\alpha = 48\%$ 

ÉCHANTILLON	Ldh	Ldx	Ldc	Ldcma	WB	α
100C0.353J	8,0%	3,6%	2,6%	1,4%	12,0%	50,2%
100C0.357J	8,7%	3,8%	3,1%	1,4%	13,1%	54,7%
100C0.3514J	8,9%	3,9%	2,8%	1,4%	13,4%	55,6%
100C0.3528J	9,4%	3,9%	3,7%	1,4%	14,3%	59,5%
100C0.3556J	10,5%	3,7%	3,6%	1,4%	15,1%	62,9%
90C10LCLL0.353J	7,8%	3,0%	3,3%	1,7%	11,4%	47,4%
90C10LCLL0.357J	8,0%	2,2%	5,1%	1,7%	11,6%	48,5%
90C10LCLL0.3514J	9,7%	3,4%	3,4%	1,7%	13,8%	57,7%
90C10LCLL0.3528J	9,8%	3,7%	3,7%	1,7%	14,3%	59,7%
90C10LCLL0.3556J	10,7%	3,7%	4,2%	1,7%	15,4%	64,1%
80C20LCLL0.353J	6,9%	2,5%	4,1%	2,0%	10,3%	42,7%
80C20LCLL0.357J	8,2%	2,7%	4,1%	2,0%	11,7%	48,9%
80C20LCLL0.3514J	8,6%	2,7%	4,7%	2,0%	12,4%	51,7%
80C20LCLL0.3528J	8,9%	2,8%	4,6%	2,0%	12,8%	53,2%
80C20LCLL0.3556J	9,9%	2,6%	5,0%	2,0%	13,7%	56,9%
100C0.453J	7,6%	3,4%	4,0%	1,4%	12,1%	50,3%
100C0.457J	8,7%	3,7%	3,3%	1,4%	13,2%	55,1%
100C0.4514J	9,5%	4,0%	3,2%	1,4%	14,2%	59,3%
100C0.4528J	10,3%	4,4%	4,0%	1,4%	15,7%	65,6%
100C0.4556J	12,0%	3,9%	3,6%	1,4%	16,9%	70,3%
90C10LCLL0.453J	7,8%	3,0%	4,0%	1,7%	11,8%	49,1%
90C10LCLL0.457J	8,5%	2,9%	4,2%	1,7%	12,4%	51,6%
90C10LCLL0.4514J	9,0%	3,7%	3,9%	1,7%	13,5%	56,3%
90C10LCLL0.4528J	9,8%	3,6%	4,5%	1,7%	14,6%	60,7%
90C10LCLL0.4556J	11,4%	3,2%	4,8%	1,7%	15,9%	66,3%
80C20LCLL0.453J	7,7%	2,7%	4,7%	2,0%	11,5%	48,0%
80C20LCLL0.457J	8,0%	2,8%	4,8%	2,0%	12,0%	50,0%
80C20LCLL0.4514J	9,3%	3,2%	4,8%	2,0%	13,6%	56,7%
80C20LCLL0.4528J	10,5%	3,2%	5,2%	2,0%	15,0%	62,3%
80C20LCLL0.4556J	11,1%	3,3%	5,3%	2,0%	15,8%	65,7%

Tableau-A IV-5 Résultats du Wb,  $\alpha$ 

Tableau-A IV-6 Résultats CH
-----------------------------

СН	3 jours	7 jours	14 jours	28 jours	56 jours	
100C0.35	18,98	20,25	20,53	25,83	26,09	
90C10LCLL0.35	14,19	12,51	17,90	18,19	20,87	
80C20LCLL0.35	11,42	13,24	13,26	14,66	15,10	
100C0.45	17,96	23,33	22,50	29,25	22,92	
90C10LCLL0.45	15,40	17,06	17,68	18,28	19,14	
80C20LCLL0.45	14,24	15,73	17,47	19,19	19,89	

Tableau-A IV-7 Résultats CaCO3

CaCO <sub>3</sub>	3 jours	7 jours	14 jours	28 jours	56 jours	
100C0.35	5,85	5,86	5,74	6,47	6,67	
90C10LCLL0.35	6,69	12,08	6,56	7,15	7,33	
80C20LCLL0.35	6,35	6,72	7,55	7,25	8,51	
100C0.45	7,46	6,82	6,61	7,65	7,70	
90C10LCLL0.45	7,40	9,54	7,28	8,45	10,90	
80C20LCLL0.45	7,99	7,90	7,82	8,82	8,81	

#### ANNEXE VII

# RÉSULTATS RÉSISTANCE À LA COMPRESSION ET ÉCART TYPE DU MORTIER

Tableau-A V-8 Résistance à la compression du mortier								
ÉCHANTILLON	1 J	3 J	7 J	14 J	28 J	56 J	90 J	
100C0.48 (contrôle) MPa	9,99	15,41	24,49	25,27	28,56	29,18	31,00	
Écart type %	0,20	0,56	0,91	0,82	0,52	0,03	0,40	
90C10LCLL0.48 MPa	5,75	14,87	20,13	23,88	24,57	24,83	25,65	
Écart type %	0,08	0,48	0,72	0,80	0,53	0,29	0,73	
80C20LCLL0.48 MPa	4,94	15,28	17,16	18,83	18,06	19,64	19,68	
Écart Type %	0,01	0,46	0,33	0,35	0,26	0,52	0,01	
70C30LCLL0.48 Mpa	3,69	12,39	15,28	17,34	17,44	18,07	19,85	
Écart Type %	0,15	0,30	0,26	0,62	0,69	0,06	0,14	

## ANNEXE VIII

# RÉSULTATS RÉSISTANCE À LA COMPRESSION ET ÉCART TYPE DU BÉTON

ÉCHANTILLON	7 J	14 J	28 J	56 J	90 J	120 J	150 J	180 J
100C0.40 (contrôle) MPa	37,2	38,9	44,9	48	51,2	52,4	51,7	50,3
Écart type %	0,5	1	0,2	1,2	0,2	0,4	1,0	2,1
90C10LCLL0.40 MPa	36	40,9	42,9	47,4	50,7	51,0	52,3	53,1
Écart type %	0,3	1,3	1,7	0,6	0,6	0,8	0,8	0,8
80C20LCLL0.40 MPa	34,7	37	41,4	44	48,3	48,7	42,1	49,2
Écart type %	1	0,3	0,6	1,1	0,3	1,5	0,8	0,8
100C0.48(contrôle) MPa	36,6	43,7	45,2	47,7	48,1	51,1	51,2	50,5
Écart type %	1,9	0,2	0,6	1,7	0,4	0,3	1,0	0,5
90C10LCLL0.48 MPa	33,5	36,6	38,8	43,3	43,9	46,4	44,9	47.0
Écart type %	2.2	0.8	0.4	0.7	1.,5	1,1	0,5	1,4
80C20LCLL0.48 MPa	30,2	33,2	36,8	40,6	42,2	42,3	44,2	44,4
Écart type %	0,3	0,6	0,8	0,4	1	1,5	0,3	0,3

Tableau-A VI-9 Résistance à la compression du béton

### LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Aïtcin, P.-C. (2008). *Binders for durable and sustainable concrete*. London New York: Taylor & Francis.

- Aïtcin, P.-C., & Flatt, R. J. (2015). *Science and technology of concrete admixtures*. Woodhead publishing.
- Alarcon-Ruiz, L., Platret, G., Massieu, E., & Ehrlacher, A. (2005). The use of thermal analysis in assessing the effect of temperature on a cement paste. *Cement and Concrete Research*, 35(3), 609-613.
- Aluminium Stewardship Initiative. (2018). ASI Aluminium Stewardship initiative. Repéré à <u>https://aluminium-stewardship.org/</u>
- American Society for Testing and Materials. (2003). *Standard Test Method for Slump of Hydraulic-Cement Concrete*. Norme ASTM 143/C143M-03. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials.
- American Society for Testing and Materials. (2014). Standard Practice for Mechanical Mixing of Hydraulic Cement Pastes and Mortars of Plastic Consistency. Norme ASTM C305-14. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials.
- American Society for Testing and Materials. (2016a). *Standard Terminology Relating to Concrete and Concrete Aggregates*. Norme ASTM C125-18b. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials: ASTM International.
- American Society for Testing and Materials. (2016b). *Standard terminology relating to concrete and concrete aggregates*. Norme ASTM C125-16. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials.
- American Society for Testing and Materials. (2016c). Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens). Norme ASTM 1C109/109M-16a. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials.
- American Society for Testing and Materials. (2017a). *Standard Specification for Chemical Admixtures for Concrete*. Norme ASTM C494C494M. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials.
- American Society for Testing and Materials. (2017b). *Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete*. Norme ASTM C618-17a. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials.

- American Society for Testing and Materials. (2017c). Standard Test Methods for Sampling and Testing Fly Ash or Natural Pozzolans for Use in Portland-Cement Concrete. Norme ASTM C311/C311M-17. Pensilvania, USA: American Society for Testing and Materials.
- Andersen, M. D., Jakobsen, H. J., & Skibsted, J. (2003). Incorporation of aluminum in the calcium silicate hydrate (C- S- H) of hydrated Portland cements: A high-field 27Al and 29Si MAS NMR investigation. *Inorganic Chemistry*, *42*(7), 2280-2287.
- Asociation Canadienne du Ciment. (2017). Repéré à <u>http://www.cement.ca/fr/Fabrication-du-</u> <u>ciment.html</u>
- Association Canadienne de normalisation. (2003a). *Liants utilisés dans le béton*. Norme CAN/CSA-A3001-03. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association Canadienne de normalisation. (2003b). *Méthodes d'essai chimique pour les liants utilisés dans le béton et la maçonnerie*. Norme CSA A3003-03. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association Canadienne de normalisation. (2013). *Compendium des matriaux liant*. Norme CSA A3000-13. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association Canadienne de normalisation. (2015a). *Affaissement du béton*. Norme CSA A.23.2-5C. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association Canadienne de normalisation. (2015b). *Confection et cure des érpouvettes de béton destinées aux esssais de compression et de flexion*. Norme CSA A.23.2-3C. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association Canadienne de normalisation. (2015c). *Détermination de la masse volumique et du rendement du béton plastique*. Norme CSA A23.2-6C. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association Canadienne de normalisation. (2015d). Détermination de la résistance à la compression d'éprouvettes de béton cylindriques. Norme CSA A23.2-9C. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association Canadienne de normalisation. (2015e). *Béton: Constituants et exécution des travaux*. Norme CSA A23.1-14. Mississauga, ON: Association Canadienne de normalisation.
- Association canadienne du ciment Portland. (2004). *Dosage et contrôle des mélanges de béton* (7e éd. canadienne. éd.). Montréal: Association canadienne du ciment.

- Baroghel-Bouny, V. (1994). Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de ciment et des bétons ordinaires et à très hautes performances (Ecole Nationale des Ponts et Chaussées).
- Benezet, J. C., & Benhassaine, A. (1999). Inlfuence de la taille des particules sur la réactivité pouzzolanique de poudres de quartz. *lait*, 12.
- Bentz, D. P., & Aitcin, P.-C. (2008). The hidden meaning of water-cement ratio. *Concrete international*, *30*(05), 51-54.
- Bernal, S. A., Juenger, M. C., Ke, X., Matthes, W., Lothenbach, B., De Belie, N., & Provis, J. L. (2017). Characterization of supplementary cementitious materials by thermal analysis. *Materials and Structures*, 50(1), 26.
- Bhatty, J., Reid, K., Dollimore, D., Gamlen, G., Mangabhai, R., Rogers, P., & Shah, T. (1988). The Derivation of Kinetic Parameters in Analysis of Portland Cement for Portlandite and Carbonate by Thermogravimetry. Dans *The Derivation of Kinetic Parameters in Analysis of Portland Cement for Portlandite and Carbonate by Thermogravimetry.*
- Birry, L., Leclerc, S., & Poirier, S. (2016a). The LCL&L process. *Aluminium International Today*, 28(6), 25.
- Birry, L., Leclerc, S., & Poirier, S. (2016b). The LCL&L Process: A Sustainable Solution for the Treatment and Recycling of Spent Potlining. Dans *Light Metals 2016* (pp. 467-471). Springer.
- Bui, L. A.-t., Chen, C.-t., Hwang, C.-l., & Wu, W.-s. (2012). Effect of silica forms in rice husk ash on the properties of concrete. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 19*(3), 252-258.
- Bullard, J. W., Jennings, H. M., Livingston, R. A., Nonat, A., Scherer, G. W., Schweitzer, J. S., . . . Thomas, J. J. (2011). Mechanisms of cement hydration. *Cement and Concrete Research*, 41(12), 1208-1223.
- Bureau d'audiences publiques sur l'environnement. (2016). BAPE, Mandats 274 DA4. Repéré à <u>http://www.bape.gouv.qc.ca/sections/mandats/ap50\_rio\_tinto\_alcan/documents/DA4.</u> <u>pdf</u>
- Chusilp, N., Jaturapitakkul, C., & Kiattikomol, K. (2009). Effects of LOI of ground bagasse ash on the compressive strength and sulfate resistance of mortars. *Construction and Building Materials*, 23(12), 3523-3531. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061809002268</u>

- Collier, N. C. (2016). Transition and decomposition temperatures of cement phases–a collection of thermal analysis data. *Ceramics-Silikaty*, 60(4).
- Deboucha, W., Leklou, N., Khelidj, A., & Oudjit, M. N. (2017). Hydration development of mineral additives blended cement using thermogravimetric analysis (TGA): Methodology of calculating the degree of hydration. *Construction and Building Materials*, 146, 687-701.
- Dhapekar, N., Majumdar, A., & Gupta, P. (2015). Study of phase composition of Ordinary Portland Cement concrete using X-Ray diffraction. *International Journal of Scientific and Engineering Research*, 6(11).
- Durdziński, P. T., Dunant, C. F., Haha, M. B., & Scrivener, K. (2015). A new quantification method based on SEM-EDS to assess fly ash composition and study the reaction of its individual components in hydrating cement paste. *Cement and Concrete Research,* 73(Supplement C), 111-122. Repéré à http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884615000502
- Environnement et Changement climatique Canada. (2016). *Deuxième rapport biennal du Canada sur les changements climatiques*. Repéré à <u>https://www.ec.gc.ca/GES-GHG/default.asp?lang=Fr&n=02D095CB-1</u>
- Fares, G. (2008). Nouveau Système Cimentaire: Cas de la Fritte de Verre (Université de Sherbrooke.).
- Fernandez, R., Martirena, F., & Scrivener, K. (2011). The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite. *Cement and Concrete Research, 41*(1), 113-122. doi: 10.1016/j.cemconres.2010.09.013
- Gagné, R. (2016). Air entraining agents. Dans *Science and Technology of Concrete Admixtures* (pp. 379-391). Elsevier.
- Gameiro, A., Santos Silva, A., Veiga, M., & Velosa, A. (2011). Metakaolin-lime hydration products and phase stability.
- Gouvernement du Québec. (2016). Économie, Science et Innovation Québec Repéré à <u>https://www.economie.gouv.qc.ca/objectifs/informer/par-secteur-</u><u>dactivite/metallurgie/aluminium/page/le-secteur-</u><u>19764/?tx\_igaffichagepages\_pi1%5Bmode%5D=single&tx\_igaffichagepages\_pi1%5BbackPid%5D=19755&tx\_igaffichagepages\_pi1%5BcurrentCat%5D=&cHash=8c78</u><u>e31d9127dc96b475d933900e4c6d</u>
- Holywell, G., & Breault, R. (2013). An overview of useful methods to treat, recover, or recycle spent potlining. *JOM*, *65*(11), 1441-1451.

- Kada-Benameur, H., Wirquin, E., & Duthoit, B. (2000). Determination of apparent activation energy of concrete by isothermal calorimetry. *Cement and Concrete Research, 30*(2), 301-305. Repéré à <a href="http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884699002501">http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884699002501</a>
- Kajaste, R., & Hurme, M. (2016). Cement industry greenhouse gas emissions management options and abatement cost. *Journal of Cleaner Production*, *112*, 4041-4052.
- Kosmatka, S. H., Kerkhoff, B., Panarese, W., MacLeod, N., & McGrath, R. (2011). *Dosage et contrôle des mélanges de béton : manuel d'applications, méthodes et matériaux* (8e éd. canadienne. éd.). Québec: Association Canadienne du ciment.
- Kowalczyk, R. M., Gajewicz, A. M., & McDonald, P. J. (2014). The mechanism of waterisopropanol exchange in cement pastes evidenced by NMR relaxometry. *RSC Advances*, 4(40), 20709-20715.
- L'Hôpital, E., Lothenbach, B., Le Saout, G., Kulik, D., & Scrivener, K. (2015). Incorporation of aluminium in calcium-silicate-hydrates. *Cement and Concrete Research*, 75, 91-103.
- Le Quéré, C., Moriarty, R., Andrew, R. M., Peters, G. P., Ciais, P., Friedlingstein, P., . . . Arneth, A. (2015). Global carbon budget 2014. *Earth System Science Data*, 7(1), 47-85.
- Lothenbach, B., Scrivener, K., & Hooton, R. (2011). Supplementary cementitious materials. *Cement and Concrete Research, 41*(12), 1244-1256. doi: 10.1016/j.cemconres.2010.12.001
- Lothenbach, B., & Wieland, E. (2006). A thermodynamic approach to the hydration of sulphate-resisting Portland cement. *Waste Management*, 26(7), 706-719.
- Luger, P. (2014). *Modern X-ray Analysis on Single Crystals: A Practical Guide*. Walter de Gruyter.
- Mantellato, S., Palacios, M., & Flatt, R. J. (2016). Impact of sample preparation on the specific surface area of synthetic ettringite. *Cement and Concrete Research*, *86*, 20-28.
- Marchon, D., & Flatt, R. J. (2016). Mechanisms of cement hydration. Dans *Science and technology of concrete admixtures* (pp. 129-145). Elsevier.
- Martirena, F., Favier, A., & Scrivener, K. (2017). Calcined Clays for Sustainable Concrete: Proceedings of the 2nd International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete (Vol. 16). Springer.

- Meneses Martínez, N. (2012). Evaluación de la reacción de carbonatación en los estudios de las fases de conglomerados con cemento Portland.
- Meziani, M., Chelouah, N., Amiri, O., & Leklou, N. (2018). Blended cement hydration assessment by thermogravimetric analysis and isothermal calorimetry. Dans *MATEC Web of Conferences* (Vol. 149, pp. 01062). EDP Sciences.
- Mindess, S., Young, J. F., & Darwin, D. (1981). Concrete. Prentice-Hall Englewood Cliffs, NJ.
- Musa, N. M. (2014). Thermal analysis of cement past partially replaced with neem seed husk ash. *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 5(1), 1101-1105.
- Nkinamubanzi, P.-C., Mantellato, S., & Flatt, R. (2016). Superplasticizers in practice. Dans *Science and technology of concrete admixtures* (pp. 353-377). Elsevier.
- Østnor, T., Justnes, H., & Danner, T. (2015). Reactivity and microstructure of calcined marl as supplementary cementitious material. Dans *Calcined Clays for Sustainable Concrete* (pp. 237-244). Springer.
- Pane, I., & Hansen, W. (2005). Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis. *Cement and Concrete Research*, 35(6), 1155-1164. Repéré à //www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884604004818
- Pereira-de-Oliveira, L. A., Castro-Gomes, J. P., & Santos, P. M. (2012). The potential pozzolanic activity of glass and red-clay ceramic waste as cement mortars components. *Construction and Building Materials*, 31, 197-203.
- Perraki, T., Kakali, G., & Kontori, E. (2005). Characterization and pozzolanic activity of thermally treated zeolite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 82(1), 109-113. doi: 10.1007/s10973-005-0849-5
- Plank, J., Sakai, E., Miao, C., Yu, C., & Hong, J. (2015). Chemical admixtures—Chemistry, applications and their impact on concrete microstructure and durability. *Cement and Concrete Research*, 78, 81-99.
- Ramachandran, V. S., Paroli, R. M., Beaudoin, J. J., & Delgado, A. H. (2002). *Handbook of thermal analysis of construction materials*. William Andrew.
- Ramezanianpour, A. A. (2014). Cement Replacement Materials : Properties, Durability, Sustainability. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. doi: 10.1007/978-3-642-36721-2. Repéré à Accès au texte intégral via SpringerLink http://sbiproxy.uqac.ca/login?url=http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-36721-2

- Rashad, A. M. (2013). Metakaolin as cementitious material: History, scours, production and composition–A comprehensive overview. *Construction and Building Materials*, 41, 303-318.
- Rodier, L., Bilba, K., Onésippe, C., & Arsène, M.-A. (2017). Study of pozzolanic activity of bamboo stem ashes for use as partial replacement of cement. *Materials and Structures*, 50(1), 87.
- Samec, N., Mikša, D., & Kokalj, F. (2004). *Recycling possibilities of spent potlining from the aluminum industry* (Vol. 78). WIT Press.
- Schneider, M., Romer, M., Tschudin, M., & Bolio, H. (2011). Sustainable cement production—present and future. *Cement and Concrete Research*, 41(7), 642-650.
- Scrivener, K., Füllmann, T., Gallucci, E., Walenta, G., & Bermejo, E. (2004). Quantitative study of Portland cement hydration by X-ray diffraction/Rietveld analysis and independent methods. *Cement and Concrete Research*, 34(9), 1541-1547. Repéré à http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884604001693
- Scrivener, K., Juilland, P., & Monteiro, P. (2015). Advances in understanding hydration of Portland cement. *Cement and Concrete Research*, 78, 38-56.
- Scrivener, K., Snellings, R., & Lothenbach, B. (2016). A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials. Crc Press.
- Skoog, D. A., Holler, F., & Timothy, A. D. A. (2002). Principios de análisis instrumental. McGraw-Hill Interamericana de España.
- Snellings, R., Chwast, J., Cizer, Ö., De Belie, N., Dhandapani, Y., Durdzinski, P., . . . Patapy, C. (2018). Report of TC 238-SCM: hydration stoppage methods for phase assemblage studies of blended cements—results of a round robin test. *Materials and Structures*, 51(4), 111.
- Snellings, R., Salze, A., & Scrivener, K. (2014). Use of X-ray diffraction to quantify amorphous supplementary cementitious materials in anhydrous and hydrated blended cements. *Cement and Concrete Research*, 64, 89-98.
- Snoeck, D., Velasco, L., Mignon, A., Van Vlierberghe, S., Dubruel, P., Lodewyckx, P., & De Belie, N. (2014). The influence of different drying techniques on the water sorption properties of cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 64, 54-62.
- Suchorski, D. M., Farny, J. A., Bell, L. W., Khan, T. S., Rear, K. B., Bohan, R. P., . . . Lobo, C. L. (2003). Chemical admixtures for concrete. *ACI Education Bulletin E4-03*.

- Tangpagasit, J., Cheerarot, R., Jaturapitakkul, C., & Kiattikomol, K. (2005). Packing effect and pozzolanic reaction of fly ash in mortar. *Cement and Concrete Research*, *35*(6), 1145-1151.
- Taylor-Lange, S. C., Lamon, E. L., Riding, K. A., & Juenger, M. C. G. (2015). Calcined kaolinite–bentonite clay blends as supplementary cementitious materials. *Applied Clay Science*, 108, 84-93. Repéré à <u>http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169131715000423</u>
- Taylor, H. F. (1997). Cement chemistry. Thomas Telford.
- Todd Tompson. (2009). Triplot 4.2.1 (Version 4.2.1). Repéré à http://mypage.iu.edu/~tthomps/programs/html/tnttriplot.htm
- Tokyay, M. (2016). Cement and concrete mineral admixtures. CRC Press.
- Tórrez-Rivas, B., Gaitán-Arévalo, J., Pérez, L. J. E., & García, J. I. E. (2014). Valorización de ceniza de bagazo de caña de la industria azucarera Nicaragüense como sustituto parcial al cemento Portland. Nexo Revista Científica, 27(2), 82-89.
- Toutanji, H., Delatte, N., Aggoun, S., Duval, R., & Danson, A. (2004). Effect of supplementary cementitious materials on the compressive strength and durability of short-term cured concrete. *Cement and Concrete Research*, *34*(2), 311-319.
- Wang, X., Eberhardt, A., Gallucci, E., & Scrivener, K. (2016). Assessment of early age properties of cementitious system through isopropanol-water replacement in the mixing water. *Cement and Concrete Research*, 84, 76-84.
- Wang, X., Pan, Z., Shen, X., & Liu, W. (2016). Stability and decomposition mechanism of ettringite in presence of ammonium sulfate solution. *Construction and Building Materials*, 124, 786-793.
- Widmann, G., Schubnell, M., Riesen, R., Schawe, J., Darribére, C., & Jörimann, U. (2001). Interpreting TGA curves. *UserCom*, *1*, 1-20.
- Zhang, Z., Zhang, B., & Yan, P. (2016). Comparative study of effect of raw and densified silica fume in the paste, mortar and concrete. *Construction and Building Materials*, 105, 82-93.
- Zhou, Q., & Glasser, F. P. (2001). Thermal stability and decomposition mechanisms of ettringite at <120°C. *Cement and Concrete Research*, *31*(9), 1333-1339. Repéré à http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884601005580