

Liège, Belgique
8-9 Novembre 2018

DÉVELOPPEMENT D'UN NOUVEAU LIANT ALCALI-ACTIVÉ INCORPORANT DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE

KARAM Reine ^{A,B}, DENELEE Dimitri ^{B,C}, BULTEEL David ^A

^A IMT Lille Douai, Univ. Lille, EA 4515 – LGCgE – Laboratoire de Génie Civil et géoEnvironnement, Département Génie Civil et Environnemental, F-59000 Lille, France

^B IFSTTAR, GERS, EE, F-44344 Bouguenais, France

^C Institut des Matériaux Jean Rouxel (IMN), Université de Nantes, CNRS, 2 rue de la Houssinière, BP 32229, 44322 Nantes Cedex 3, France

Résumé : Dans un monde qui s'oriente de plus en plus vers le développement durable, les matériaux alcali-activés (MAA) sont apparus comme étant des liants alternatifs au ciment Portland ordinaire (OPC), puisque ce dernier présente l'inconvénient d'émettre une grande quantité de CO₂ lors de sa fabrication. En effet, les cimenteries émettent 5 à 7% des émissions mondiales de gaz à effet de serre. Pour réduire les émissions de CO₂, les coproduits industriels tels que les laitiers de hauts fourneaux (LHF) peuvent être valorisés dans le développement de nouveaux liants et servir de précurseurs de liants alcali-activés. D'autre part, les sédiments marins dragués peuvent également être utilisés comme précurseurs de tels liants. En Europe, 100 à 200 Mm³ de sédiments sont dragués annuellement dans les ports et cours d'eau, mais l'évolution de la réglementation va tendre à restreindre leur immersion en mer. La valorisation d'une partie de ces sédiments en tant que matières premières entrant dans la composition de liants contribuerait à limiter l'épuisement des ressources naturelles.

L'objectif de notre travail est le développement d'un nouveau type de liant alcali-activé, à base de laitiers de hauts fourneaux, incorporant la fraction fine des sédiments de dragage pour des applications dans le domaine du génie civil.

Les principaux facteurs qui peuvent affecter les réactions d'activation alcaline et jouer un rôle sur la structure, la minéralogie et les propriétés des matériaux obtenus sont la nature de l'activateur alcalin basique, sa concentration (%Na₂O et rapport Ms = SiO₂/Na₂O) et le rapport Eau/Solide. L'activation alcaline des LHF a été étudiée en première étape sans sédiments, en variant la nature de l'activateur : NaOH seul ou en mélange avec Na₂SiO₃, alors que le pourcentage de Na₂O a été fixé à 5%, Ms à 1,45 et le rapport E/S à 0,45. En seconde étape, un pourcentage fixe de 30% de sédiments a été incorporé dans les formulations des matériaux alcali-activés (MAA). Les effets de cet ajout sédimentaire sur les propriétés mécaniques et rhéologiques du liant obtenu sont étudiés à E/S constant de 0,45 et à E/S corrigé de 0,62 pour travailler à maniabilité constante.

Mots-clés : matériaux alcali-activés (MAA), sédiments, laitiers de hauts fourneaux (LHF).

1. INTRODUCTION

À l'échelle mondiale, les industries cimentaires produisent près de 3,6 milliards tonnes de ciment et émettent près de 3,24 milliards tonnes de CO₂ annuellement, ce qui constitue 5 à 7% des émissions totales de gaz à effet de serre dans le monde (Wang et al. 2016). Une substitution partielle du ciment Portland par des sous-produits industriels tels que les laitiers de hauts fourneaux (LHF) ou les cendres volantes (CV) ont permis de réduire les émissions de CO₂, tout en améliorant les performances mécaniques, rhéologiques et la durabilité des matériaux cimentaires (Gebregziabihier et al. 2016).

Ces sous-produits alumino-silicatés peuvent développer des propriétés mécaniques une fois activés par des agents alcalins en formant des matériaux alcali-activés (MAA) même sans la présence du ciment Portland (Gebregziabihier et al. 2016). Les MAA sont d'une grande importance puisqu'ils présentent une résistance mécanique élevée, une chaleur d'hydratation faible et une bonne résistance aux attaques chimiques (Fernández-Jiménez et al. 1999). Cependant, avec tous les avantages que possèdent les MAA, ils présentent également des inconvénients tels que la prise rapide (Aydin et Baradan 2014; Fernández-Jiménez et al. 1999).

Les réactifs alcalins les plus utilisés sont les hydroxydes alcalins, et/ou les silicates alcalins de sodium ou de potassium (Gebregziabihier et al. 2016; Neupane 2016). Les précurseurs alumino-silicatés les plus communs dans les réactions d'activation alcaline sont les LHF, les CV et les argiles calcinées tel que le métakaolin (MK) (Gao et al. 2014; Park et al. 2016).

En se focalisant sur l'activation alcaline des LHF (précurseurs riches en calcium), plusieurs facteurs indépendants peuvent contribuer à déterminer la structure, la minéralogie et les propriétés des matériaux obtenus. Entre autres, la nature de l'activateur alcalin, sa concentration (% M₂O), le rapport Ms = SiO₂/M₂O avec M l'ion alcalin Na⁺ ou K⁺ et le rapport Eau/Solide. Indépendamment de l'activateur alcalin, les principaux produits d'hydratation des liants à haute teneur en calcium sont les (alumino) silicates de calcium hydratés C-(A)-S-H ayant une structure de type tobermorite (Provis et Bernal 2014; Provis et Deventer 2014) donnant aux matériaux leurs propriétés mécaniques.

D'autres sources alumino-silicatés moins communes ont été testés et notamment les sédiments de dragage des infrastructures maritimes et portuaires souvent riches en phases argileuses (Ferone et al. 2013). Dans la plupart des cas, les sédiments dragués sont immergés en mer sous réserve de respecter les seuils environnementaux des réglementations (par exemple les seuils proposés par le groupe GEODE, indiquant les teneurs chimiques des sédiments en métaux et en PCB, établis par la France) (GEODE 2000). Les sédiments peuvent également être transportés dans des lagunes et accumulés en couches pour des utilisations ultérieures, comme le remblayage ou la création des îles artificielles. En Europe, 100 à 200 Mm³ de sédiments sont dragués annuellement (Komnitsas 2016). Cependant, avec des coûts et des réglementations de plus en plus restrictifs, de nouvelles techniques de valorisation des sédiments doivent être établies. Qu'ils soient traités ou non, dans un contexte de développement durable et de protection de l'environnement et afin d'éviter l'épuisement des ressources naturelles, les sédiments calcinés ont été réutilisés comme matière première dans la production de ciment (Amar et al. 2018; Dalton et al. 2004; Snellings et al. 2016), pour des applications géotechniques (Dubois 2006), des projets marins ou en génie civil (Lirer et al. 2017). Dans certaines études, la fraction fine de sédiments a été traité par l'intermédiaire de liants hydrauliques pour des applications en techniques routières (Dubois et al. 2009). Les sédiments calcinés ont été également valorisés en tant que source alumino-silicaté unique pour la réalisation de géopolymères ou des liants alcali-activés (Ferone et al. 2013; Gharzouni et al. 2018; Komnitsas 2016). Ils ont été activés par des aluminates, des hydroxydes ou des silicates alcalins, mais des performances mécaniques pas très élevés ont été notées (Ferone et al. 2013; Gharzouni et al. 2018; Molino et al. 2014). D'où l'idée de combiner les sédiments à d'autres précurseurs alumino-silicatés comme les cendres volantes et tester la possibilité de les valoriser dans le domaine de construction (Lirer et al. 2017). Ce travail a souligné l'importance de la présence des CV pour l'amélioration des performances mécaniques des matériaux. De même, l'activation alcaline d'un mélange de sédiments calcinés et de LHF permet d'obtenir des liants à propriétés mécaniques meilleures (Ferone et al. 2015). Ces résultats préliminaires pourraient constituer un point de départ pour les études ultérieures visant à utiliser les sédiments dans les matrices alcalis-activés.

Notre étude est orientée alors vers la réalisation d'un liant minéral alcali-activé destiné à des applications diverses dans le domaine de génie civil, basé sur l'activation des laitiers de hauts fourneaux (LHF), incorporant la fraction fine de sédiments de dragage non calcinés. L'utilisation d'un mélange à base de laitier de hauts fourneaux et de sédiments comme précurseurs alumino-silicatés dans la réaction

d'activation alcaline pourrait réduire les émissions de CO₂, et permettrait d'envisager une voie de valorisation des sédiments. En première étape, l'activation alcaline de LHF a été optimisée en absence de sédiments. Ensuite, un pourcentage fixe de 30% de sédiments a été incorporé dans les formulations étudiées des MAA en conservant un rapport E/S constant en premier temps. Par la suite le rapport E/S a été corrigé de manière à travailler à maniabilité constante et les effets de l'ajout sédimentaire sur les propriétés du liant obtenu sont étudiés. Une fois ces liants synthétisés, des tests mécaniques et rhéologiques ont été appliqués afin d'évaluer l'influence des ajouts sédimentaires sur les performances des liants alcali-activés.

2. MATÉRIELS ET MÉTHODES

2.1 Matières premières

Les laitiers de hauts fourneaux (LHF) proviennent d'un site industriel français. Les sédiments marins (SED) proviennent du port de Dunkerque. La partie supérieure récupérée suite à la décantation des sédiments dans les lagunes de déshydratation est séchée à 40°C, puis broyée et tamisée à 200 µm afin d'obtenir une poudre fine et homogène de sédiments.

Les compositions chimiques du laitier et des sédiments sont déterminés par Fluorescence X. La perte au feu est déterminée par calcination à 550°C selon la (NF EN 12879 2000). Les surfaces spécifiques BET ont été mesurées par un appareil de type Micromeritics 3Flex version selon la norme (NF EN ISO 18757 2006) et les volumes poreux par la BJH. La distribution granulométrique est effectuée par un analyseur LS 13 320 - Beckman Coulter. La masse volumique est mesurée par le pycnomètre à hélium de type Micromeritics AccuPyc 1330 conformément à la norme (NF EN 1097-7 2008). La caractérisation minéralogique est réalisé par diffraction des rayons X (DRX) afin d'identifier les phases cristallines présentes pour des angles de déviation 2θ compris entre 10 et 70. Un diffractomètre D2 Phaser Bruker avec un réglage de 30 kV en tension et de 40 mA en intensité est utilisé.

2.2 Préparation des échantillons

Les laitiers de hauts fourneaux et les sédiments sont mélangés manuellement pendant 10 minutes pour assurer un mélange homogène de poudres. Ensuite, la solution alcaline est mélangée aux poudres pendant 10 minutes avant que le tout soit versé dans des moules normalisés de 4x4x16 cm. Les échantillons sont conservés pendant 28 jours à 20°C et plus de 90% d'humidité relative.

Les solutions alcalines sont préparées à partir d'une solution d'hydroxyde de sodium obtenue en dissolvant des pastilles d'hydroxyde alcalin dans de l'eau Milli-Q, avec ou sans silicate de sodium (SIL) ayant comme rapport molaire SiO₂/Na₂O = 1,7.

2.3 Formulations testées

Les formulations testées sont présentées dans le Tableau 1. La première partie des mélanges ne contient pas de sédiments, le rapport E/S est fixé à 0,45, le pourcentage de Na₂O est de 5% et pour les systèmes activés par des silicates, le rapport molaire est de 1,45.

Tableau 1. Formulations de matériaux alcali-activés avec ou sans silicates, avec et sans sédiments à des rapports E/S de 0,45 et de 0,62

		Formulations	Ms (SiO ₂ /Na ₂ O)	% Sédiments
E/S = 0,45 5% Na ₂ O	Sans SIL Ms = 0,00	sans SED	0,00	0
		avec SED	0,00	30
	Avec SIL Ms = 1,45	sans SED	1,45	0
		avec SED	1,45	30
E/S = 0,62 5% Na ₂ O	Avec SIL Ms = 1,45	sans SED	1,45	0
		avec SED	1,45	30

Dans une deuxième partie, 30% de sédiments fins sont incorporés dans les formulations sans et avec silicates de la première partie. Pour travailler à E/S constant, des formulations sont préparées à un rapport E/S de 0,45, et d'autres à un E/S de 0,62 afin de travailler à maniabilité constante.

2.4 Tests expérimentaux

Les éprouvettes de 4x4x16 cm sont ensuite découpés en des cubes de 4x4x4cm. Les essais de résistance à la compression sont réalisés à des échéances de 1, 7 et 28 jours, selon la norme (EN 196-1 2005). La résistance à la compression pour chaque échantillon est obtenue à partir de la moyenne de trois essais. Les temps de prise sont déterminés par l'appareil Vicat, suivant (EN 196-3 2006). Les mesures sont effectuées toutes les 10 minutes automatiquement par l'appareil.

Les essais d'étalement sont réalisés par l'intermédiaire d'un anneau conique standard à diamètre interne de 10 cm, afin de suivre la maniabilité des différentes formulations selon la norme (EN 1015-3 1999). Deux diamètres perpendiculaires sont mesurés et l'étalement est déterminé comme étant la moyenne de ces mesures.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

3.1. Caractérisation des matières premières

La composition chimique du LHF est de 42,9% CaO, 38% SiO₂, 10,8% Al₂O₃, 6,6% MgO et 0,7% Fe₂O₃, 0,7% TiO₂, 0,7% S²⁻, 0,35% K₂O, 0,28% Na₂O, 0,1% SO₃ et 0,01%. Cl⁻. La perte au feu des LHF est de 0,13.

Les oxydes trouvés dans les sédiments (SED) sont 37,9% SiO₂, 18,4% CaO, 8,8% Al₂O₃, 5,1% Fe₂O₃, 2,9% SO₃, 1,9% Na₂O, 1,8% K₂O, 1,8% MgO, 0,9% SO₄²⁻, 0,4% TiO₂, 0,1% P₂O₅, 0,1% ZnO, 1,4% Cl⁻. (LOI) est de 12,5.

Les principales caractéristiques physiques des matériaux utilisés pour la réalisation des liants sont présentées dans le Tableau 2.

Tableau 2. Caractéristiques physiques des matériaux utilisés pour la préparation des liants

	LHF	Sédiments
Surface spécifique BET (m ² /g) _ (NF EN ISO 18757 2006)	1,0	12,9
Volume poreux : BJH Désorption (mm ³ /g)	2,4	50,8
D50 (µm)	8,6	4,4
D90 (µm)	26,6	22,1
Masse volumique (g/cm ³) (NF EN 1097-7 2008)	2,9	2,6

L'analyse par diffraction des rayons X des LHF, montre un halo vitreux autour de 30° 2θ puisque le laitier est amorphe. Les phases minéralogiques majoritaires identifiées dans les sédiments sont le quartz (SiO₂) et la calcite (CaCO₃). D'autres phases minoritaires telles que la pyrite (FeS₂), les argiles (Kaolinite, illite) et des feldspaths (microcline, albite) sont également détectés.

3.2. Matériaux alkali-activés

Afin de trouver l'effet de l'ajout sédimentaire sur les liants développés, dans une première partie le rapport E/S est fixé à 0,45 et le pourcentage de Na₂O à 5%.

3.2.1 Tests d'étalement

Pour les formulations avec et sans silicates à 5% de Na₂O et à un rapport E/S=0,45, des tests d'étalement permettant d'évaluer la maniabilité des mélanges avant et après l'ajout des sédiments sont effectués (Tableau 3).

Pour les formulations activées par de l'hydroxyde de sodium uniquement, la valeur du diamètre d'étalement à 10 minutes est de 19,1 cm, inférieur à l'étalement des systèmes avec silicates, qui est de 30,3 cm.

Tableau 3. Etalements des formulations avec ou sans silicates, avec et sans sédiments à des rapports E/S de 0,45 et 0,62

		Formulations	Etalement (cm) à 10 min
E/S = 0,45 5% Na ₂ O	Sans SIL Ms = 0,00	sans SED	19,1
		avec SED	10,0
	Avec SIL Ms = 1,45	sans SED	30,3
		avec SED	12,6
E/S = 0,62 5% Na ₂ O	Avec SIL Ms = 1,45	sans SED	41,5
		avec SED	29,7

Suite à l'incorporation de 30% de sédiments et en absence de silicates, la valeur du diamètre d'étalement diminue de 19,1 à 10 cm. Alors que pour les systèmes avec silicates, l'étalement de 30,3 cm passe à 12,6 cm. La réduction remarquable des diamètres d'étalement des liants suite à l'incorporation des sédiments, montre la capacité des sédiments à absorber l'eau du système (Samara et al. 2009). Cette demande en eau estimée à 52 % caractérisant la fraction fine des sédiments est probablement due à leur surface spécifique BET de 12,85 m²/g et à leur volume poreux de 0,05 cm³/g (Tableau 2).

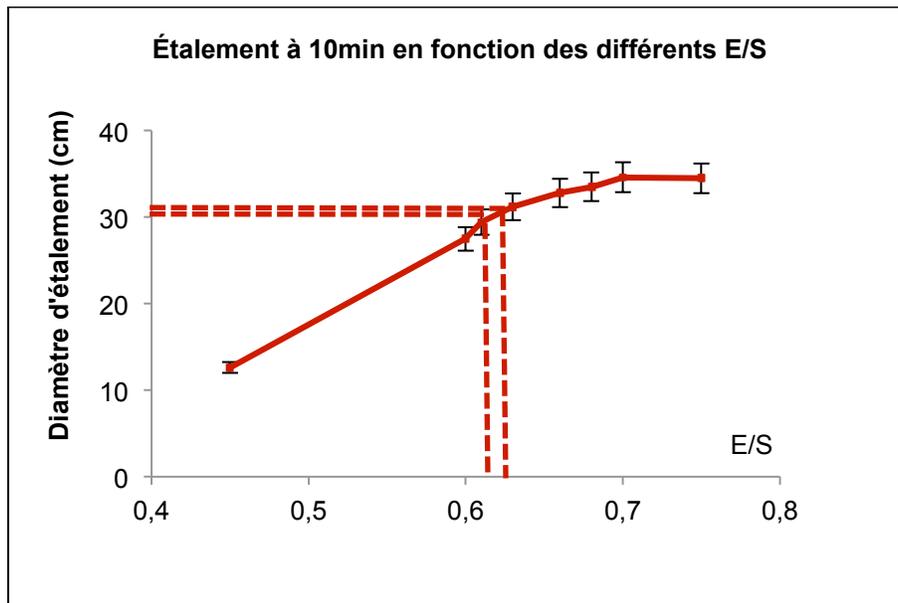


Figure 1. Variation des diamètres d'étalement à 10 min pour différentes formulations avec silicates en présence de sédiments en fonction de différents E/S

Vu la demande en eau des sédiments, E/S effectif n'est pas le même entre une formulation avec et sans sédiments. En présence de sédiments, il y aura moins d'eau efficace disponible pour l'activation des laitiers. Par conséquent, une comparaison effectuée entre deux systèmes avec et sans sédiments à maniabilité constante peut être aussi judicieuse.

De ce fait, le rapport E/S a été varié entre 0,45 et 0,75 de manière à trouver le E/S convenable permettant d'obtenir un même étalement à 10 minutes pour une même formulation avec et sans sédiments. La Figure 1 montre alors la variation des diamètres d'étalement, en fonction des différents E/S testés. Le diamètre d'étalement augmente de 12,6 à 34,5 cm lorsque la teneur en eau du mélange passe de 0,45 à 0,75. Le diamètre d'étalement visé pour une formulation avec silicates est de $30,3 \pm 1$ cm (Tableau 3).

Selon la Figure 1, pour un diamètre d'étalement de $30,3 \pm 1$ cm, le rapport E/S peut varier entre 0,61 et 0,63. Ainsi, un rapport 0,62 semble être approprié pour avoir une maniabilité constante.

Pour la formulation avec silicates, un diamètre d'étalement de 29.7cm est noté pour le nouveau rapport E/S de 0,62 en présence de 30% de sédiments (Tableau 3). Cette valeur est bien dans l'intervalle $30,3 \pm 1$ cm, ce qui vérifie l'utilisation du rapport E/S = 0,62.

3.2.2 Propriétés mécaniques

Les résistances à la compression pour différentes formulations sont mesurées à 1,7 et 28 jours (Figure 2). En absence de sédiments (Sans SED), pour les formulations sans silicates ($M_s = 0$ - E/S = 0,45), les performances mécaniques des liants atteignent au bout de 28 jours une résistance de 16,8 MPa, alors qu'elles atteignent une résistance plus importante de 74,6 MPa en présence de silicates ($M_s = 1,45$ - E/S = 0,45). La présence de silicates améliore les propriétés mécaniques des matériaux, comme le montre la bibliographie (Gebregziabiher et al. 2016; Ben Haha et al. 2011). Cela peut s'expliquer par le fait que l'intégration de plus d'atomes de silicium dans les structures C-S-H entraîne une amélioration de la capacité de liaison, donnant une meilleure résistance aux liants (Aydin et Baradan 2014).

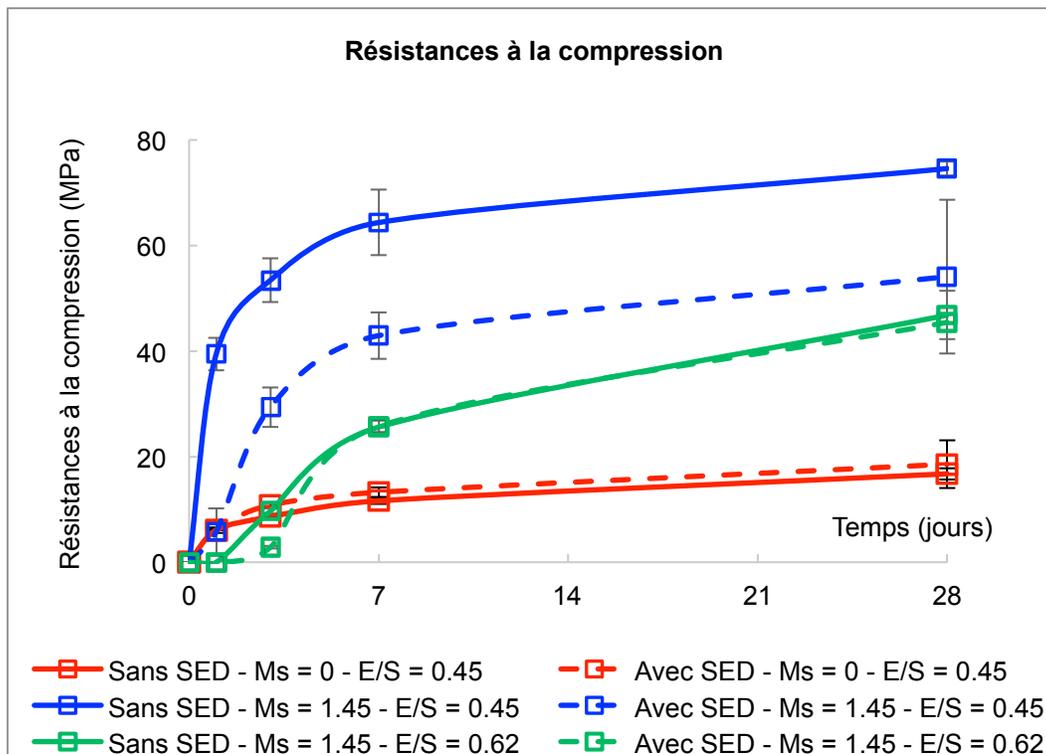


Figure 2. Résistances à la compression pour les formulations avec et sans silicates en présence et en absence de sédiments

La présence de 30% de sédiments (Avec SED), n'affecte ni la cinétique ni les résistances mécaniques des formulations sans silicates. En effet, la résistance à la compression atteinte au bout de 28 jours est de 18,6 MPa avec sédiments comparable à 16,8 MPa sans sédiments.

Pour les formulations avec silicates ($M_s = 1,45$ - $E/S = 0,45$), la présence de sédiments fait passer la résistance de 74,6 à 54,1 MPa et donc une baisse de 27,5 % est obtenue. A noter qu'à faible E/S (0,45), l'ajout de sédiments a un effet sur la cinétique de montée en résistance qui devient plus lente aux âges précoces.

Ensuite, l'influence de l'incorporation des sédiments est étudiée en gardant la maniabilité constante comme paramètre fixe dans nos formulations. Pour ce faire, une comparaison entre une formulation sans sédiments à $E/S = 0,45$, et une formulation avec sédiments à $E/S = 0,62$ est nécessaire.

A maniabilité constante, l'ajout de sédiments fait passer la résistance de 74,6 MPa pour une formulation à $E/S = 0,45$ à 45,5 MPa pour un $E/S = 0,62$. Cette baisse en résistance de 39,1 % peut être attribuée soit à l'introduction des sédiments, soit à l'augmentation du rapport E/S de 0,45 à 0,62.

Pour savoir lequel des 2 paramètres est responsable en majorité de la chute des performances mécaniques du liant, le rapport E/S est fixé à 0,62 et les résistances mécaniques sont mesurées sans sédiments (46,8 MPa). L'incorporation des sédiments dans une formulation à $E/S = 0,62$, cause une baisse de 2,9 % de la résistance uniquement. Il peut être déduit que la baisse des propriétés mécaniques à maniabilité constante serait probablement liée à l'augmentation de la teneur en eau dans nos systèmes plutôt que de l'incorporation des sédiments.

A noter qu'à E/S élevé (0,62), l'incorporation des sédiments ralentit la cinétique du développement des résistances qui ne deviennent mesurables qu'à partir du 3^{ème} jour après l'activation alcaline.

3.2.3 Temps de prise

Afin de compléter le suivi des performances des liants développés, le suivi du temps de prise est également réalisé (Figure 3).

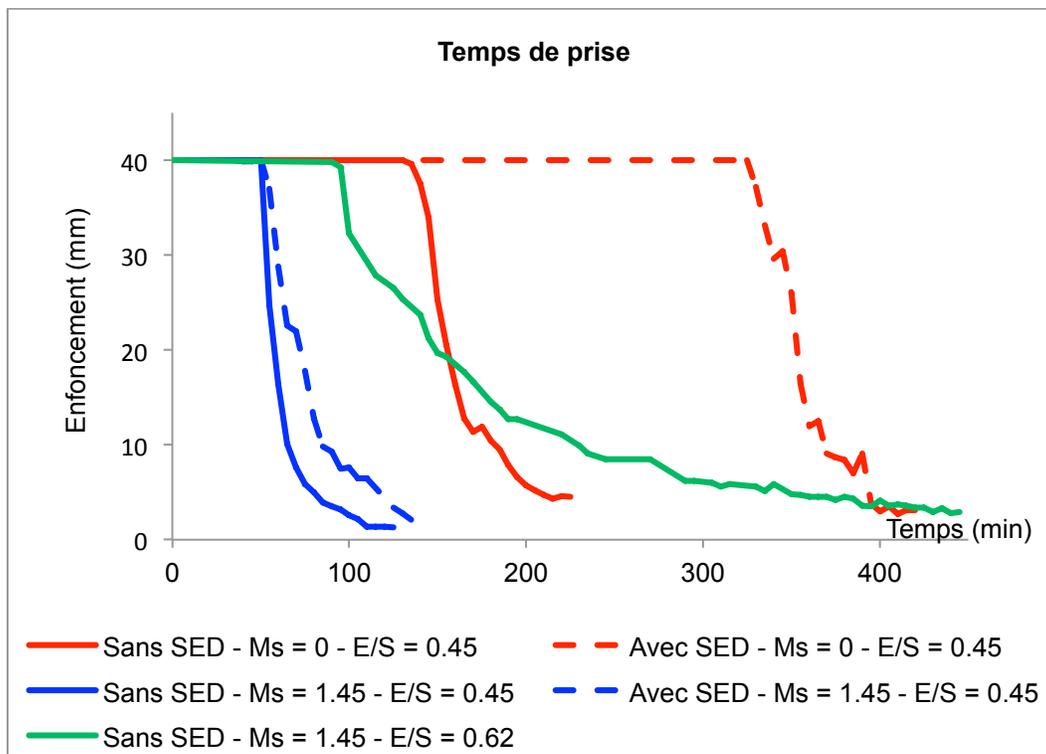


Figure 3. Temps de prise des formulations avec ou sans silicates, avec et sans sédiments

En absence de silicates ($M_s = 0$ - $E/S = 0,45$), la prise des pâtes commence à 145 minutes et se termine à 200 minutes suite à l'activation alcaline, ce qui fait une durée de prise totale de 55 minutes. Tandis qu'en présence de silicates ($M_s = 1,45$ - $E/S = 0,45$), le début de prise commence à des âges beaucoup plus précoces (55 min) et se termine à 75 minutes avec une durée de prise totale de 20 minutes, montrant l'effet des silicates à accélérer la prise. La prise rapide des systèmes activés par des silicates peut être attribué à la présence des ions silicates à forte concentration qui réagissent avec les ions Ca^{2+} du laitier pour former une quantité plus importante de silicates de calcium hydratés C-S-H, responsables des temps de prise rapide (Aydin et Baradan 2014; Fernández-Jiménez et Puertas 2003; Živica 2007).

Pour les mélanges sans silicates, l'ajout de 30% de sédiments fait passer le début de temps de prise de 145 minutes à 335 minutes, mais la durée totale de prise $\Delta T = T_f - T_i$, reste la même (50-55min). Ce qui montre que la présence des sédiments ralentit le début de prise des pâtes dans les systèmes activés par des hydroxydes de sodium uniquement. En présence de silicates, les 30% de sédiments n'affectent pas le début de prise des pâtes. En effet, une formulation sans sédiments a un début de prise vers 55 minutes et une durée totale de prise de 20 minutes, et suite à l'ajout des sédiments le T_i est à 60 minutes, mais on passe à un ΔT de 45 minutes. Alors à E/S constant de 0,45, l'ajout des sédiments n'affecte pas le début de prise mais la durée totale de la prise qui est plus longue.

A maniabilité constante, l'ajout des sédiments cause un ralentissement important des débuts de prise qui passent de 55 minutes à $E/S = 0,45$ sans sédiments (Figure 3), à un début de prise dépassant 48 heures à $E/S = 0,62$ avec sédiments. Pour mieux comprendre la cause du ralentissement de temps de prise suite à l'incorporation des sédiments à maniabilité constante, une formulation sans sédiments à $E/S = 0,62$ est testée. Le début de prise commence à 100 minutes (largement inférieur à 48 heures avec sédiments). Donc le ralentissement du temps de prise à $E/S = 0,62$ peut être probablement dû à l'ajout des sédiments, plus qu'à l'augmentation du rapport E/S . Cet effet est en opposition avec les données présentées auparavant, qui montrent que l'ajout de sédiments n'a qu'un faible effet sur le temps de prise des liants à $E/S = 0,45$.

4. CONCLUSIONS

L'objectif de ce travail est le développement d'un nouveau liant alcali-activé à base de laitier de hauts fourneaux incorporant des particules fines de sédiments de dragage non calcinés. Plusieurs formulations avec et sans silicates, en présence ou en absence de sédiments à différents E/S ont été testées.

En absence de silicates, l'ajout de 30% de sédiments à E/S de 0,45 permet de maintenir des résistances mécaniques et des cinétiques comparables à celles obtenues sans sédiments sauf que les temps de prises sont ralentis.

En présence de silicates à E/S de 0,45, l'incorporation de 30% de sédiments permet de maintenir une bonne ouvrabilité mais réduit les performances mécaniques. En raison de la forte demande en eau des sédiments, la maniabilité des pâtes n'est pas constante. Le rapport E/S est augmenté à 0,62 afin de pouvoir travailler à maniabilité constante en présence des sédiments.

D'un point de vue résistance mécanique, l'ajout de sédiment à E/S élevé (0,62) diminue celle-ci de façon plus prononcée. Toutefois, pour une formulation sans sédiments à $E/S = 0,62$, la résistance diminue du même ordre de grandeur qu'en présence de sédiments.

Donc à faible E/S (0,45), l'ajout de sédiments est la cause de la réduction des résistances mécaniques. En revanche, à E/S élevé (0,62), c'est l'apport d'eau (non pas la présence de sédiments) qui est responsable majoritairement de la diminution des résistances.

En présence de silicates, la cinétique de montée en résistance en présence de sédiments est moins rapide que la cinétique des systèmes sans sédiments, et ce quel que soit les E/S .

Les temps de prises sont influencés par le rapport E/S et l'apport en sédiments. A faible E/S (0,45), l'ajout de sédiments augmente légèrement les temps de prise. En revanche, à E/S de 0,62, l'apport d'eau sans sédiments augmente les temps de prise mais ceci est accentué fortement suite à l'incorporation des sédiments qui accroissent considérablement le temps de prise.

Un contrôle minutieux des quantités de sédiments ajoutés et des rapports E/S permet d'obtenir des nouveaux liants à bonnes performances, en particulier en termes de résistance à la compression, et de régularisation des temps de prise.

5. RÉFÉRENCES

- Amar, M., Benzerzour, M., Safhi, A. E. M., et Abriak, N. E. (2018). "Durability of a cementitious matrix based on treated sediments." *Case Studies in Construction Materials*, Elsevier, 8(January), 258–276.
- Aydin, S., et Baradan, B. (2014). "Effect of activator type and content on properties of alkali-activated slag mortars." *Composites Part B: Engineering*, 57, 166–172.
- Dalton, J. L., Gardner, K. H., Seager, T. P., Weimer, M. L., Spear, J. C. M., et Magee, B. J. (2004). "Properties of Portland cement made from contaminated sediments." *Resources, Conservation and Recycling*, 41(3), 227–241.
- Dubois, V. (2006). "Etude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins – Valorisation en technique routière." Université d'Artois.
- Dubois, V., Abriak, N. E., Zentar, R., et Ballivy, G. (2009). "The use of marine sediments as a pavement base material." *Waste Management*, Elsevier Ltd, 29(2), 774–782.
- EN 1015-3. (1999). "Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 3: Détermination de la consistance du mortier frais (avec une table à secousses)."
- EN 196-1. (2005). "Méthodes d'essais des ciments - Partie 1: Détermination des résistances mécaniques."
- EN 196-3. (2006). "Méthodes d'essais des ciments - Partie 3: Détermination du temps de prise et de la stabilité."
- Fernández-Jiménez, A., Palomo, J. G., et Puertas, F. (1999). "Alkali-activated slag mortars: Mechanical strength behaviour." *Cement and Concrete Research*, 29(8), 1313–1321.
- Fernández-Jiménez, A., et Puertas, F. (2003). "Effect of activator mix on the hydration and strength behaviour of alkali-activated slag cements." *Advances in Cement Research*, 15(3), 129–136.
- Ferone, C., Colangelo, F., Cioffi, R., Montagnaro, F., et Santoro, L. (2013). "Use of reservoir clay sediments as raw materials for geopolymer binders." *Advances in Applied Ceramics*, 112(4), 184–189.
- Ferone, C., Liguori, B., Capasso, I., Colangelo, F., Cioffi, R., Cappelletto, E., et Di Maggio, R. (2015). "Thermally treated clay sediments as geopolymer source material." *Applied Clay Science*, 107, 195–204.
- Gao, K., Lin, K. L., Wang, D., Hwang, C. L., Shiu, H. S., Chang, Y. M., et Cheng, T. W. (2014). "Effects SiO₂/Na₂O molar ratio on mechanical properties and the microstructure of nano-SiO₂metakaolin-based geopolymers." *Construction and Building Materials*, 53, 503–510.
- Gebregziabiher, B. S., Thomas, R. J., et Peethamparan, S. (2016). "Temperature and activator effect on early-age reaction kinetics of alkali-activated slag binders." *Construction and Building Materials*, 113, 783–793.
- GEODE. (2000). "Circulaire no 2000-62 du 14 juin 2000 relative aux conditions d'utilisation du référentiel de qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire défini par l'arrêté interministériel."
- Gharzouni, A., Ouamara, L., Sobrados, I., et Rossignol, S. (2018). "Alkali-activated materials from different aluminosilicate sources: Effect of aluminum and calcium availability." *Journal of Non-Crystalline Solids*, 484(January), 14–25.
- Ben Haha, M., Le Saout, G., Winnefeld, F., et Lothenbach, B. (2011). "Influence of activator type on hydration kinetics, hydrate assemblage and microstructural development of alkali activated blast-furnace slags." *Cement and Concrete Research*, Elsevier Ltd, 41(3), 301–310.
- Komnitsas, K. (2016). "Co-valorization of marine sediments and construction and demolition wastes through alkali activation." *Journal of Environmental Chemical Engineering*, Elsevier B.V., 4(4), 4661–

4669.

- Lirer, S., Liguori, B., Capasso, I., Flora, A., et Caputo, D. (2017). "Mechanical and chemical properties of composite materials made of dredged sediments in a fly-ash based geopolymer." *Journal of Environmental Management*, Elsevier Ltd, 191, 1–7.
- Molino, B., De Vincenzo, A., Ferone, C., Messina, F., Colangelo, F., et Cioffi, R. (2014). "Recycling of clay sediments for geopolymer binder production. A new perspective for reservoir management in the framework of Italian Legislation: The Occhito reservoir case study." *Materials*, 7(8), 5603–5616.
- Neupane, K. (2016). "Fly ash and GGBFS based powder-activated geopolymer binders: A viable sustainable alternative of portland cement in concrete industry." *Mechanics of Materials*, Elsevier Ltd, 103, 110–122.
- NF EN 1097-7. (2008). "Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 7: détermination de la masse volumique absolue du filler - Méthode au pycnomètre."
- NF EN 12879. (2000). "Caractérisation des boues - Détermination de la perte au feu de la matière sèche."
- NF EN ISO 18757. (2006). "Céramiques techniques - Détermination de la surface spécifique (aire massique) des poudres céramiques par adsorption de gaz à l'aide de la méthode BET."
- Park, S. M., Jang, J. G., Lee, N. K., et Lee, H. K. (2016). "Physicochemical properties of binder gel in alkali-activated fly ash/slag exposed to high temperatures." *Cement and Concrete Research*, Elsevier Ltd, 89, 72–79.
- Provis, J. L., et Bernal, S. A. (2014). "Geopolymers and Related Alkali-Activated Materials." *Annual Review of Materials Research*, 44(1), 299–327.
- Provis, J. L., et Deventer, J. S. J. van. (2014). "Alkali Activated Materials." *RILEM TC 224-AAM*, John L. Provis et J. S. J. van Deventer, eds., 507.
- Samara, M., Lafhaj, Z., et Chapiseau, C. (2009). "Valorization of stabilized river sediments in fired clay bricks: Factory scale experiment." *Journal of Hazardous Materials*, 163(2–3), 701–710.
- Snellings, R., Cizer, A., Horckmans, L., Durdziński, P. T., Dierckx, P., Nielsen, P., Van Balen, K., et Vandewalle, L. (2016). "Properties and pozzolanic reactivity of flash calcined dredging sediments." *Applied Clay Science*, 129, 35–39.
- Wang, W. C., Wang, H. Y., et Tsai, H. C. (2016). "Study on engineering properties of alkali-activated ladle furnace slag geopolymer." *Construction and Building Materials*, Elsevier Ltd, 123, 800–805.
- Živica, V. (2007). "Effects of type and dosage of alkaline activator and temperature on the properties of alkali-activated slag mixtures." *Construction and Building Materials*, 21(7), 1463–1469.