

## Méthodes d'essais

Les principales méthodes d'essais pour les liants et les granulats sont décrites ci-dessous.

### Table des matières

<b>1. CARACTERISATION CHIMIQUE.....</b>	<b>1</b>
- CHROMATOGRAPHIE D'EXCLUSION STERIQUE .....	1
- CHROMATOGRAPHIE SUR BAGUETTES DE SILICE.....	2
- CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE.....	2
- DISTILLATION SIMULEE .....	2
<b>2. CARACTERISATION MECANIQUE ET PHYSIQUE .....</b>	<b>2</b>
- ESSAI LOS ANGELES (LA) .....	2
- ESSAI MICRO-DEVAL .....	3
- POLISHED STONE VALUE .....	3
- RESISTANCE AU GEL (NORME NF EN 1367-2).....	4
- ESSAIS EQUIVALENT DE SABLE.....	4
- MICROSCOPIE POLARISANTE .....	4
- ESSAIS FRICTION AFTER POLISHING (FAP) OU WEHNER & SCHULZE.....	4
- SPECTROMETRIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURIER.....	5
- SPECTROMETRIE D'EMISSION ATOMIQUE PAR PLASMA A COUPLAGE INDUCTIF .....	5
- ANALYSE ENTHALPIQUE DIFFERENTIELLE .....	5
- DIFFRACTION DES RAYONS X.....	5
<b>3. METHODES DE DOSAGES DE LA CHAUX APPLICABLES AUX LAITIERS D'ACIERIE .....</b>	<b>6</b>
- EXTRACTION AU GLYCOL .....	6
- METHODE LEDUC (ESSAIS NORMALISES).....	6
- EXTRACTION A L'EAU SUCREE (DITE « METHODE LEDUC »).....	6
- DETERMINATION DU CALCIUM LIBRE PAR COMPLEXOMETRIE .....	6
- DETERMINATION DU CALCIUM LIBRE PAR CONDUCTIMETRIE .....	6
- DETERMINATION DU CALCIUM LIBRE PAR ACIDIMETRIE .....	7
- ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE .....	7
- METHODE DE DOSAGE PAR ANALYSE D'IMAGES .....	7
- DOSAGE PAR DIFFRACTION X.....	7
- DESCRIPTION DE L'ESSAI D'EXPANSION A LA VAPEUR (ESSAI NORMALISE) .....	7

### 1. Caractérisation chimique

#### - Chromatographie d'exclusion stérique

La chromatographie d'exclusion stérique (CES) ou de perméation sur gel (GPC) est une méthode de chromatographie en phase liquide permettant de séparer des macromolécules en fonction de leur volume hydrodynamique.

### - Chromatographie sur baguettes de silice

La chromatographie sur baguettes de silice (IATROSCAN) est une procédure identique à une chromatographie sur couche mince, la lecture se faisant à l'aide d'un détecteur à ionisation de flamme.

### - Chromatographie en phase gazeuse

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une technique qui permet de séparer des molécules d'un mélange éventuellement très complexe de nature très diverses. Elle s'applique principalement aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition.

### - Distillation simulée

La distillation simulée est une méthode qui permet l'identification et le dosage des fractions volatiles présentes dans les matériaux, en fonction de leur température d'ébullition.

## 2. Caractérisation mécanique et physique

### - Essai Los Angeles (LA)

La résistance à la fragmentation des granulats s'obtient par l'essai Los Angeles (LA), durant lequel les granulats sont soumis à des chocs de boulets d'acier (fig. 1). Le coefficient Los Angeles correspond au pourcentage de l'échantillon initial passant au tamis de 1,6 mm après fragmentation. La résistance à la fragmentation est donc d'autant plus grande que la valeur du coefficient LA est petite.



Fig. 1 : Appareil Los-Angeles, essai selon la norme NF EN 1097-2.

### - Essai Micro-Deval

Dans cet essai, l'usure est produite par frottement entre les granulats et une charge abrasive dans un cylindre en rotation ; elle se fait soit à sec, soit en présence d'eau. La résistance à l'attrition caractérise la dégradation granulométrique de matériaux mélangés à des billes d'acier (sans effets de choc) dans un tambour en rotation (fig. 2). Elle est évaluée par l'essai Micro-Deval (MDE). Cette propriété est d'autant meilleure que le coefficient Micro-Deval est faible. L'essai Micro-Deval caractérise la résistance à l'usure de granulats suivant la norme NF EN 10 97-1.



Fig. 2 : Appareil Micro-Deval, essai selon la norme NF EN 10 97-1.

### - Polished Stone Value

La résistance au polissage, très importante pour les couches de roulement, est caractérisée par le « *Polished Stone Value* » (défini selon la norme NF EN 1097-8) mesuré par passage d'un patin de caoutchouc sur une éprouvette de granulats préalablement soumise à un polissage par contact dynamique avec de l'émeri (fig. 3).



Fig. 3 : Machine PSV® (LINDQVIST INTERNATIONAL).

#### - **Résistance au gel (norme NF EN 1367-2)**

Elle est mesurée d'après la dégradation granulométrique observée en imposant des cycles gel-dégel aux granulats, selon leur aptitude à absorber de l'eau ou leur résistance à la fragmentation.

#### - **Essais Equivalent de sable**

L'activité des argiles est mesurée au travers des essais « Equivalent de sable » (ES) — d'après la norme NF EN 933-8 — et la Masse de bleu (norme NF EN 933-9).

#### - **Microscopie polarisante**

L'analyse au microscope polarisant distingue généralement les composants suivants :

- *schistes noirs et oranges (combustion de faible intensité)* : quartz, Feldspaths, mica, argiles et oxydes de fer ;
- *schistes rouges et violets (combustion très vive)* : quartz, cristobalite, silicates d'aluminium, silico-aluminates de magnésium, oxyde de fer et matière vitreuse.

#### - **Essais Friction After Polishing (FAP) ou Wehner & Schulze**

Cet essai permet de caractériser la résistance au polissage des enrobés ou des granulats. Il utilise la machine allemande Wehner & Schulze qui permet de reproduire l'usure induite par le trafic et de suivre l'évolution du coefficient de frottement. Les essais sur enrobé sont réalisés suivant la norme EN 12697-49 (2012) tandis que les essais sur granulats ne sont pas normalisés.

Le polissage est généré par trois cônes en acier disposés à 120° sur un disque rotatif et recouverts de gomme (fig. 4). Un mélange constitué d'eau et d'abrasif (sable fin) est projeté entre l'échantillon et la gomme des cônes en rotation. La durée de polissage est contrôlée en fixant le nombre de rotations des cônes. Après polissage, l'échantillon est nettoyé et une mesure de frottement est alors réalisée à l'aide d'un disque supportant trois patins de gomme disposés à 120° et lancé à 100 km/h. Le disque est mis en contact avec la surface et le frottement entre les patins et l'échantillon permet de le freiner. Cette courbe de freinage permet de connaître le coefficient de frottement à différentes vitesses. Généralement, la valeur de frottement à 60 km/h appelée  $\mu_{60}$  est relevée. On peut ainsi tracer l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de rotations des cônes de polissage (c.-à-d. du trafic), ce qui revient à simuler en laboratoire la durée de vie du matériau.



Fig. 4 : Machine de polissage Wehner & Schulze.

#### - **Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier**

La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier est une technique de mesure pour l'acquisition de spectres infrarouges. Au lieu d'enregistrer la quantité d'énergie absorbée lorsque la fréquence de lumière infrarouge varie (monochromateur), la lumière infrarouge passe au travers d'un interféromètre. Après avoir traversé l'échantillon, le signal mesuré est un interférogramme. Après que le signal a subi une transformée de Fourier, on obtient un spectre identique à celui obtenu par une spectroscopie infrarouge conventionnelle (dispersive).

#### - **Spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif**

La spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (ICP-AES) est une méthode d'analyse par spectrométrie d'émission atomique dont la source est un plasma généré par couplage inductif. Les raies analysées sont souvent des raies ioniques et pas seulement atomiques.

#### - **Analyse enthalpique différentielle**

L'analyse enthalpique différentielle (AED) ou *Differential Scanning Calorimetry* (DSC en anglais) est une technique d'analyse thermique. Elle mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence.

#### - **Diffraction des rayons X**

La diffraction des rayons X révèle les phases cristallisées d'un échantillon mis en place sous forme de poudre.

### 3. Méthodes de dosages de la chaux applicables aux laitiers d'aciérie

Quelques-unes des méthodes permettant de doser la chaux vive sont sommairement décrites ci-après (Hornain, 1995).

#### - Extraction au glycol

Le produit, broyé à 80  $\mu\text{m}$ , est mis en suspension avec agitation dans l'éthylène glycol à 70 °C. La chaux, sous ses deux formes  $\text{CaO}$  et  $\text{Ca(OH)}_2$ , est solubilisée et mesurée par conductimétrie et par acidimétrie à l'acide benzoïque. Cette méthode permet de doser la somme  $\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$ . Elle doit être complétée, notamment par analyse thermogravimétrique des hydroxydes, pour accéder à la valeur de la chaux vive seule.

#### - Méthode Leduc (essais normalisés)

Cette méthode ressemble fort à la méthode de l'extraction au glycol, mis à part que le glycol est remplacé par du sucre. De la même manière, l'extraction à l'eau sucrée permet de doser la chaux sous ses deux formes  $\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$  et doit être complétée (par analyse thermogravimétrique) pour accéder à la valeur de  $\text{CaO}$  seule.

#### - Extraction à l'eau sucrée (dite « méthode Leduc »)

Cette méthode ressemble fort à la méthode de l'extraction au glycol, mis à part que le glycol est remplacé par du sucre. De la même manière, l'extraction à l'eau sucrée permet de doser la chaux sous ses deux formes  $\text{CaO} + \text{Ca(OH)}_2$  et doit être complétée (par analyse thermogravimétrique) pour accéder à la valeur de  $\text{CaO}$  seule.

#### - Détermination du calcium libre par complexométrie

Le principe de la méthode consiste à extraire le calcium libre d'un échantillon broyé au moyen d'éthane diol chaud. La teneur en ion calcium dans l'extrait est ensuite déterminée par titrage complexométrique. Cette méthode permet de déterminer les teneurs totales (exprimées en  $\text{CaO}$ ) de  $\text{CaO}$  et de  $\text{Ca(OH)}_2$  PR NF EN 1744-1/A1 (déc. 2012, §18-2 page 52).

#### - Détermination du calcium libre par conductimétrie

Le principe de la méthode consiste à extraire le calcium libre d'un échantillon broyé au moyen d'éthane diol chaud. La teneur en ion calcium dans l'extrait est ensuite déterminée par des mesures de conductance. Cette méthode permet de déterminer les teneurs totales (exprimées en  $\text{CaO}$ ) de  $\text{CaO}$  et de  $\text{Ca(OH)}_2$  PR NF EN 1744-1/A1 (déc. 2012, §18-3 page 53).

### - Détermination du calcium libre par acidimétrie

Le principe de la méthode consiste à extraire le calcium libre d'un échantillon broyé au moyen d'acétoacétate d'éthyle à ébullition (méthode de Franke). L'extrait est ensuite titré à l'aide d'une solution étalon d'acide chlorhydrique à 0,2 mol/l. Cette méthode permet de déterminer les teneurs totales (exprimées en CaO) de CaO et de Ca(OH) PR NF EN 1744-1/A1 (déc. 2012, §18-4 page 54).

### - Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique est une méthode d'analyse qui permet de suivre l'évolution de la masse en fonction d'une montée en température fixée. La perte de masse correspond au départ de l'eau libre non combinée, de l'eau combinée sous forme Ca(OH)<sub>2</sub> ou de silicates de calcium hydratés (CSH) et du CO<sub>2</sub> résultant de la carbonatation partielle de ces hydrates. La perte d'eau à 450 °C, correspondant à la décomposition de Ca(OH)<sub>2</sub>, permet d'évaluer la quantité de ce composé, qui peut alors être déduite de la somme CaO + Ca(OH)<sub>2</sub> déterminée par une autre méthode (glycol, eau sucrée, complexométrie, conductimétrie, acidimétrie).

### - Méthode de dosage par analyse d'images

Cette méthode, relativement lourde à mettre en œuvre et nécessitant un personnel et un matériel spécialisés, ne peut constituer un essai de routine. Elle offre néanmoins un intérêt certain pour la connaissance plus précise de la composition minéralogique des laitiers LD, notamment en ce qui concerne la distribution des deux catégories de chaux vive présentes dans le matériau : la chaux micrométrique de décomposition du C3S en micro-inclusions (~1 µm) d'une part, et la chaux d'hétérogénéité de scorification en grains plus gros (> 10 µm) d'autre part.

### - Dosage par diffraction X

La diffraction aux rayons X révèle les phases cristallisées d'un échantillon mis en place sous forme de poudre. En effet, les composés cristallins ont la propriété de diffracter suivant des angles spécifiques (angles 2θ) et des intensités spécifiques. Le diagramme de diffraction X d'un laitier comporte ainsi un certain nombre de pics de diffraction caractéristiques des phases cristallisées dans le produit : par comparaison avec une base de données de produits de référence, la nature des produits cristallisés présents peut être déterminée. Ainsi, pour la caractérisation du calcium libre, un matériau de base de concentration en chaux vive connue est utilisé.

Le dosage par diffraction X comporte l'intérêt d'accéder directement à la quantité de chaux vive présente dans le laitier. Mais sa limitation réside dans la difficulté de disposer d'une chaux étalon, de structure cristalline identique à celle des laitiers LD, où son réseau paraît plus désordonné.

### - Description de l'essai d'expansion à la vapeur (essai normalisé)

Cet essai se déroule en plusieurs phases, décrites ci-dessous.

#### a) Préparation de l'échantillon

L'échantillon est composé d'un mélange sec de laitier 0/22 mm selon une courbe granulométrique théorique de Fuller. La quantité de matériau nécessaire pour chaque prise d'essai est de 4,5 kg. Le compactage se fait par table vibrante ou machine de vibro-compression, de manière à pouvoir combiner une vibration transversale du moule (qui a pour but de mettre en place le matériau et d'éviter les frottements avec les parois du moule) et une compression axiale permettant de serrer le matériau. Ainsi, des éprouvettes homogènes en densité, sans attrition ni ségrégation du matériau, sont obtenues.

*b) Déroulement de l'essai*

Après avoir mis en place le cylindre, le générateur de vapeur est enclenché (fig. 5). L'essai dure 24 h pour les laitiers dont l'expansion est exclusivement due à la chaux vive. Il dure 168 h pour les laitiers contenant aussi de la magnésie libre. L'augmentation de volume est détectée par l'intermédiaire d'un comparateur placé au centre de la face supérieure de l'échantillon. Cette augmentation de volume est suivie en fonction du temps.



Fig. 5 : Photo de l'appareil d'expansion à la vapeur  
(source : laitiers sidérurgiques 79).

*c) Expression des résultats*

Au terme de l'essai, l'expansion volumique est calculée en pourcentage en volume par rapport au volume initial, par la formule suivante :

$$\text{Expansion (en \% en volume)} = \frac{\pi \times h \times d}{4 \times V_s} \times 100$$

où  $h$  est le gonflement de l'échantillon après essai en cm,  $d$  le diamètre interne (=21 cm) du cylindre d'essai, et  $V_s$  le volume de la prise d'essai du laitier compacté.