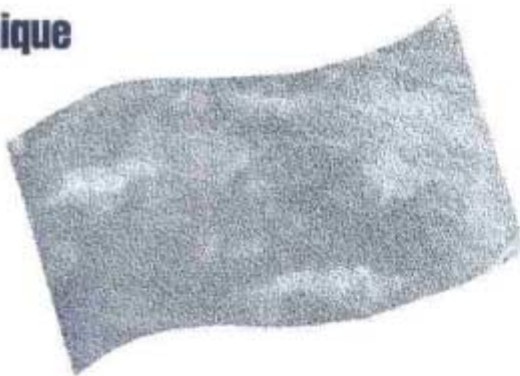


**Investigation de la stabilité chimique
et son impact sur la qualité
des remblais miniers cimentés**

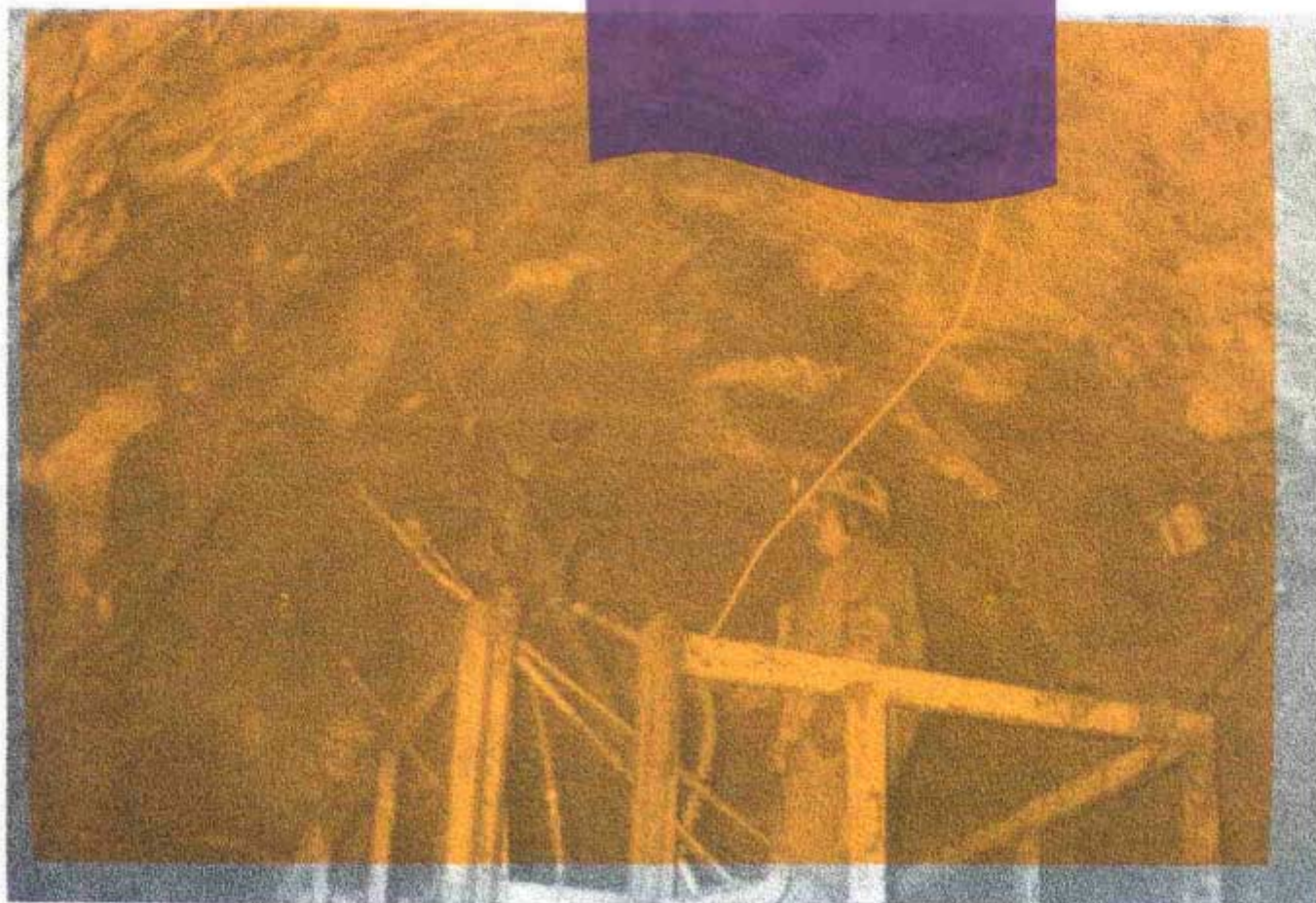


**ÉTUDES ET
RECHERCHES**

Mostafa Benzaazoua
Tikou Belem
Darcy Jollette

Novembre 2000 R-260

RAPPORT



La recherche, pour mieux comprendre

L'Institut de recherche en santé et en sécurité du travail du Québec (IRSST) est un organisme de recherche scientifique voué à l'identification et à l'élimination à la source des dangers professionnels, et à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes. Financé par la CSST, l'Institut réalise et finance, par subvention ou contrats, des recherches qui visent à réduire les coûts humains et financiers occasionnés par les accidents de travail et les maladies professionnelles.

Pour tout connaître de l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, abonnez-vous gratuitement au magazine *Prévention au travail*, publié conjointement par la CSST et l'Institut.

Les résultats des travaux de l'Institut sont présentés dans une série de publications, disponibles sur demande à la Direction des communications.

Il est possible de se procurer le catalogue des publications de l'Institut et de s'abonner à *Prévention au travail* en écrivant à l'adresse au bas de cette page.

ATTENTION

Cette version numérique vous est offerte à titre d'information seulement. Bien que tout ait été mis en œuvre pour préserver la qualité des documents lors du transfert numérique, il se peut que certains caractères aient été omis, altérés ou effacés. Les données contenues dans les tableaux et graphiques doivent être vérifiées à l'aide de la version papier avant utilisation.

Dépôt légal
Bibliothèque nationale du Québec

IRSST - Direction des communications
505, boul. de Maisonneuve Ouest
Montréal (Québec)
H3A 3C2
Téléphone : (514) 288-1 551
Télécopieur: (514) 288-7636
Site internet : www.irsst.qc.ca
© Institut de recherche en santé
et en sécurité du travail du Québec,

Investigation de la stabilité chimique et son impact sur la qualité des remblais miniers cimentés

Mostafa Benzaazoua, Tikou Belem et Darcy Jollette
Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

ÉTUDES ET RECHERCHES

RAPPORT

Cliquez recherche
www.irsst.qc.ca



Cette publication est disponible gratuitement
en version PDF
sur le site internet de l'IRSST.

Cette étude a été financée par l'IRSST. Les conclusions et recommandations sont celles des auteurs.

Notations et liste des symboles

Propriétés physiques et géotechniques

%S	Pourcentage de solide dans une pulpe
A	Aire d'une surface (m ²)
D	Diamètre d'une éprouvette de remblai (en m)
D _d	Densité sèche d'un matériau
D _h	Densité humide d'un matériau
D _r	Densité relative (à ne pas confondre avec D _r = <i>relative density</i> qui correspond en fait à la compacité relative du remblai)
e	Indice des vides d'un matériau
g	Accélération de la gravité (m/s ²)
G _s	Specific gravity (= densité relative par rapport à l'eau D _r)
H	Hauteur d'une éprouvette de remblai [L]
L	Longueur courante ou finale d'un échantillon [L]
L ₀	Longueur initiale d'un échantillon [L]
M	Masse totale d'un matériau (en kg ou en g)
M _h	Masse de l'échantillon humide (en kg ou en g)
M _s ou M _d	Masse de l'échantillon sec (en kg ou en g)
M _w	Masse de l'eau libre dans un matériau (en kg ou en g)
n	Porosité théorique d'un matériau
n _{tHg}	Porosité totale au mercure d'un matériau
n _{lHg}	Porosité libre au mercure d'un matériau
n _{pHg}	Porosité piégée au mercure d'un matériau
r _p	Rayon de pore (μm)
S _r	Degré de saturation
T	Température : en degré Celsius (°C) ou en Kelvin (K)
V	Volume total d'un matériau (en m ³ ou en cm ³)
V _p	Volume des pores (μm ³)
V _s	Volume des grains solide d'un matériau (en m ³ ou en cm ³)
V _v	Volume total des vides d'un matériau (en m ³ ou en cm ³)
V _w	Volume d'eau libre dans un matériau (en m ³ ou en cm ³)
w	Teneur en eau massique (%)
γ ou γ _h	Poids volumique total ou humide (kN/m ³)
γ _d	Poids volumique sec (kN/m ³)
γ _s	Poids volumique de la matière constituant les grains solides (kN/m ³)
γ _w	Poids volumique de l'eau liquide (kN/m ³)
θ	Teneur en eau volumique
ρ	Masse volumique totale (kg/m ³ ou g/cm ³)
ρ _d	Masse volumique sèche (kg/m ³ ou g/cm ³)
ρ _s	Masse volumique des grains solides (kg/m ³ ou g/cm ³)
ρ _w	Masse volumique de l'eau liquide (kg/m ³ ou g/cm ³)

Surface spécifique

A_m	Aire d'une molécule de l'adsorbat (m^2)
B.E.T.	Méthode de Brunauer, Emmett et Teller (calcul de la surface spécifique)
B.J.H.	Méthode Barrett, Joyner et Halenda (calcul de la microposité par les isothermes)
N_A	Nombre d'Avogadro
P	Pression d'équilibre de gaz ou d'injection du mercure (en Pa ou en psia)
P_0	Pression de vapeur à saturation de l'adsorbat à la température d'adsorption (Pa)
S_v	Surface spécifique (m^2/g)
V_{ads}	Volume de gaz adsorbé [L^3]
V_M	Volume molaire de l'adsorbat

Granulométrie

C_c	Coefficient de courbure
C_u	Coefficient d'uniformité
D_{10}	Diamètre des grains pour lequel on a 10% de passant au tamis (μm)
D_{50}	Diamètre des grains pour lequel on a 50% de passant au tamis (μm)
D_{60}	Diamètre des grains pour lequel on a 60% de passant au tamis (μm)
D_{90}	Diamètre des grains pour lequel on a 90% de passant au tamis (μm)

Analyse chimique

Ag	Argent
Au	Or
Ba	Baryum
Ca	Calcium
Cd	Cadmium
Cu	Cuivre
Fe	Fer
ICP ES	Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy
K	Potassium
Mg	Magnésium
Mn	Manganèse
Na	Sodium
S	Soufre
Si	Silicium
SO_4^{2-}	Ion sulfate
Zn	Zinc

Microscope électronique à balayage

BSE	Back-Scattered Electron (observation en électrons rétro-diffusés)
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy (analyse spectroscopique en dispersion d'énergie)
kV	kilo Volt (unité de tension électrique) : 1 kV = 1000 Volts (V)
MEB	Microscope électronique à balayage
SE	Secondary Electron : observation en électrons secondaires
μA	Micro ampère (unité d'intensité du courant électrique) : 1 μA = 10^{-6} A (ampère)

Propriétés mécaniques

c	Cohésion d'un matériau
CD	Consolidated-Drained (essai triaxial consolidé drainé)
CU	Consolidated-Undrained (essai triaxial consolidé non drainé)
CU+u	Consolidated-Undrained + u (essai triaxial consolidé non drainé avec mesure de u)
E	Module d'élasticité linéaire ou de Young (kPa ou MPa)
G_s	Module de cisaillement (GPa)
kN	kilo Newton (1 kN = 1000 N)
kPa	kilo Pascal (1 kPa = 1000 Pa)
MPa	Méga Pascal (1 MPa = 10^6 Pa)
N	Newton (unité de poids = masse (kg) x gravité g)
Pa	Pascal (unité de pression ou de contrainte) = N/m^2
u	Pression interstitielle (kPa)
UCS	Uniaxial Compressive Strength (résistance à la compression uniaxiale, également notée R_c , q_c ou Q_u , q_u , σ_c)
UU	Unconsolidated-Undrained (essai triaxial non consolidé non drainé)
ΔL	Variation de longueur [L]
$\Delta \varepsilon$	Variation de déformation
$\Delta \sigma$	Variation de contrainte (kPa ou MPa)
α	Angle de la droite intrinsèque p - q
ε	Déformation (mm/mm ou %)
ε_a	Déformation axiale (mm/mm ou %)
ε_t	Déformation latérale ou transversale (mm/mm ou %)
ε_v	Déformation volumique (mm^3/mm^3 ou %)
ϕ	Angle de frottement interne (critère de Mohr-Coulomb)
λ	Élancement d'une éprouvette = H/D
μ	Coefficient de Poisson
σ	Contrainte (kPa ou MPa) ou tension superficielle du mercure (dynes/cm)
σ_1	Contrainte principale majeure
σ_2	Contrainte principale intermédiaire
σ_3	Contrainte principale mineure
σ_n	Contrainte normale à un plan
σ_t	Résistance à la traction (encore notée σ_T , R_t , T_0)
τ_f	Résistance au cisaillement à la rupture (kPa ou MPa)

REMERCIEMENTS

Le présent rapport est l'aboutissement d'une activité de recherche financée par l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail du Québec (IRSST) dans le champ de recherche intitulé "*Sécurité des machines, des outils et des procédés industriels*". Cette recherche s'inscrit dans le cadre de l'utilisation sécuritaire des remblais miniers cimentés en pâte et porte sur l'«Investigation de la stabilité chimique et son impact sur la qualité des remblais miniers cimentés».

Le bon déroulement de cette recherche a fait appel à une démarche pluridisciplinaire et une large grille d'essais réalisés au laboratoire de l'Unité de recherche et de service en technologie minérale (URSTM) de l'Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT).

Au terme de cette activité de recherche, les auteurs tiennent à remercier tout particulièrement l'IRSST par l'entremise de M. Louis BOUSQUET, *Conseiller scientifique*, pour nous avoir donné la possibilité d'effectuer cette étude en la finançant.

Nous remercions très sincèrement M. Denis BOIS, *Directeur* de l'URSTM, dont la disponibilité et les nombreux équipements du laboratoire qu'il dirige ont permis de mener à bien cette recherche.

M. Bruno BUSSIÈRE, *Professeur régulier* à l'UQAT et *Chercheur* à l'URSTM est remercié pour sa contribution tout au long du déroulement de ce projet. Nous avons bénéficié de ses conseils et de ses expériences dans l'aboutissement de ce travail.

Les auteurs remercient également:

M. Nil GAUDET, *Technicien* à l'URSTM pour sa contribution lors de la conception et de la fabrication des recettes de remblai.

M. Hugues BORDELEAU, *Technicien* à l'URSTM, sans lequel les analyses géochimiques et la préparation des solutions destinées à l'analyse chimique n'auraient pu être effectuées.

Mme Caroline OLSEN, *Chimiste* à l'URSTM, épaulée par Mme Sandra MARTEL, *Technicienne* à l'URSTM, pour les nombreuses analyses chimiques à l'ICP AES qu'elles ont effectuées.

M. Alain PERRAULT, *Technicien* à l'URSTM, pour son aide lors de la fabrication du remblai.

M. Karl GUIMOND, *Étudiant* en Génie Électromécanique de l'UQAT, pour les nombreux services rendus tout au long de cette étude.

M. Benoît PICARD, *Agent de Recherche* à l'URSTM, pour sa disponibilité et son soutien dans les divers problèmes informatiques.

Mme Maryse DELISLE, *Secrétaire de direction* à l'URSTM, pour sa disponibilité et son soutien tout au long de ce projet.

Mme Louise LABBÉ, *Secrétaire* à l'URSTM-CADT, pour sa disponibilité, la révision et les corrections de ce rapport.

TABLE DES MATIÈRES

LISTE DES FIGURES.....	v
LISTE DES TABLEAUX.....	vi
RÉSUMÉ.....	viii
0. INTRODUCTION.....	1
0.1 PROBLÉMATIQUE.....	1
0.2 OBJECTIFS DU PROJET DE RECHERCHE.....	2
0.3 DÉMARCHÉ SUIVI.....	2
0.4 FIL CONDUCTEUR DU RAPPORT.....	2
1. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE.....	4
1.1 PROCÉDURE DE FABRICATION DU REMBLAI EN PÂTE.....	4
1.1.1 Détermination de la résistance limite du remblai.....	5
1.1.2 Optimisation de la recette de mélange.....	5
1.2 CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES DES REMBLAIS EN PÂTE.....	7
1.2.1 Performance des différents types de liant.....	7
1.2.2 Modélisation de la résistance du remblai en pâte.....	8
1.3 CARACTÉRISTIQUES CHIMIQUES DES REMBLAIS EN PÂTE.....	9
1.3.1 Hydratation du ciment Portland.....	10
1.3.2 Altération chimique du remblai en pâte.....	11
1.3.3 Stabilité des hydrates en fonction du pH.....	11
2. MATÉRIEL ET MÉTHODES.....	12
2.1 ÉCHANTILLONNAGE DES RÉSIDUS MINIERS.....	12
2.1.1 Mine LRD.....	12
2.1.2 Mine LVT.....	13
2.1.3 Mine HML (Golden Giant Mine).....	13
2.2 MÉTHODE DE FABRICATION DU REMBLAI EN PÂTE EN LABORATOIRE.....	13
2.2.1 Principe.....	13
2.2.2 Fabrication des mélanges.....	13
2.3 DESCRIPTION DES ANALYSES CHIMIQUES ET GÉOCHIMIQUES.....	14
2.3.1 Analyse chimique.....	15
2.3.2 Analyse géochimique.....	15
2.4 DESCRIPTION DES PARAMÈTRES PHYSIQUES ET GÉOTECHNIQUES.....	15
2.4.1 Masse volumique, poids volumique et densité relative.....	16
2.4.2 Teneur en eau et degré de saturation.....	17
2.4.3 Indice des vides et porosité théorique.....	18
2.4.4 Analyse granulométrique.....	18
2.5 ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE ET DE LA MINÉRALOGIE.....	20
2.5.1 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	20
2.5.2 Surface spécifique (Sv).....	21
2.5.3 Porosimétrie au mercure.....	22
2.6 DESCRIPTION DES ESSAIS MÉCANIQUES.....	24
2.6.1 Notion de contrainte et déformation.....	24
2.6.2 Caractéristiques de résistance mécanique.....	25

3.	MISE AU POINT DES RECETTES DE MÉLANGE DE REMBLAI.....	31
3.1	CARACTÉRISATION DES TROIS RÉSIDUS ÉTUDIÉS	31
3.1.1	<i>Caractérisation physique</i>	31
3.1.2	<i>Caractérisation chimique</i>	32
3.2	LIANTS HYDRAULIQUES UTILISÉS	32
3.3	RECETTES DE MÉLANGE.....	33
3.3.1	<i>Nombre de recettes de mélange</i>	33
3.3.2	<i>Calcul des mélanges</i>	34
3.3.3	<i>Malaxage et coulage des moules</i>	35
3.3.4	<i>Nomenclature des échantillons</i>	35
3.3.5	<i>Durée de cure</i>	35
4.	RÉSULTATS DES ANALYSES CHIMIQUES ET GÉOCHIMIQUES.....	36
4.1	REMBLAI LRD.....	36
4.1.1	<i>Évolution du pH, Eh et de la conductivité du remblai LRD</i>	36
4.1.2	<i>Évolution des éléments chimiques dans le remblai LRD</i>	37
4.2	REMBLAI LVT.....	41
4.2.1	<i>Évolution du pH, Eh et de la conductivité du remblai LVT</i>	41
4.2.2	<i>Évolution des éléments chimiques dans le remblai LVT</i>	41
4.3	REMBLAI HML.....	45
4.3.1	<i>Évolution du pH, Eh et de la conductivité du remblai HML</i>	45
4.3.2	<i>Évolution des éléments chimiques dans le remblai HML</i>	46
5.	RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE	49
5.1	OBSERVATIONS AU MEB ET MICROANALYSE EDS	49
5.1.1	<i>Observations au MEB</i>	49
5.1.2	<i>Microanalyse EDS</i>	51
5.2	RÉSULTATS DE LA MESURE DE LA SURFACE SPÉCIFIQUE	53
5.2.1	<i>Remblai LRD</i>	53
5.2.2	<i>Remblai LVT</i>	54
5.2.3	<i>Remblai HML</i>	55
5.3	QUANTIFICATION DE LA POROSITÉ AU MERCURE	56
5.3.1	<i>Remblai LRD</i>	57
5.3.2	<i>Remblai LVT</i>	58
5.3.3	<i>Remblai HML</i>	59
6.	RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION PHYSIQUE ET GÉOTECHNIQUE.....	60
6.1	REMBLAI LRD.....	61
6.1.1	<i>Masses volumiques</i>	61
6.1.2	<i>Propriétés hydrauliques</i>	62
6.1.3	<i>Propriétés texturales</i>	63
6.2	REMBLAI LVT.....	65
6.2.1	<i>Masses volumiques</i>	65
6.2.2	<i>Propriétés hydrauliques</i>	66
6.2.3	<i>Propriétés texturales</i>	67
6.3	REMBLAI HML.....	68
6.3.1	<i>Masses volumiques</i>	68
6.3.2	<i>Propriétés hydrauliques</i>	69
6.3.3	<i>Propriétés texturales</i>	70

7.	RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION MÉCANIQUE.....	71
7.1	RÉSULTATS DES ESSAIS DE COMPRESSION UNIAXIALE	71
7.1.1	<i>Remblai LRD</i>	72
7.1.2	<i>Remblai LVT</i>	72
7.1.3	<i>Remblai HML</i>	73
7.1.4	<i>Choix des recettes optimales</i>	75
7.2	RÉSULTATS DES ESSAIS DE COMPRESSION TRIAXIALE.....	76
7.2.1	<i>Contrainte-déformation du remblai LRD</i>	77
7.2.2	<i>Contrainte-déformation du remblai LVT</i>	79
7.2.3	<i>Contrainte-déformation du remblai HML</i>	80
7.3	ANALYSE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES TROIS REMBLAIS	80
7.3.1	<i>Résistance mécanique en fonction du type de résidu</i>	81
7.3.2	<i>Critères de rupture des trois remblais</i>	84
7.4	SYNTHÈSE DES RÉSULTATS MÉCANIQUES	90
8.	RELATIONS PHYSICO-CHIMIQUES ET MÉCANIQUES.....	92
8.1	RELATIONS CHIMICO-MÉCANIQUES DANS LES REMBLAIS EN PÂTE.....	93
8.1.1	<i>Rôle des éléments chimiques</i>	93
8.1.2	<i>Synthèse des relations chimico-mécaniques dans le remblai en pâte</i>	97
8.2	RELATIONS MICROSTRUCTURALES DANS LES REMBLAIS EN PÂTE.....	98
8.2.1	<i>Rôle des paramètres microstructuraux</i>	98
8.2.2	<i>Synthèse des relations microstructurales dans le remblai en pâte</i>	100
8.3	RELATIONS PHYSICO-MÉCANIQUES DANS LES REMBLAIS EN PÂTE.....	101
8.3.1	<i>Rôle des paramètres physiques</i>	101
8.3.2	<i>Synthèse des relations physico-mécaniques dans le remblai en pâte</i>	104
8.4	ANALYSE STATISTIQUE DES DONNÉES	105
8.4.1	<i>Définition des variables</i>	105
8.4.2	<i>Corrélations entre les variables</i>	107
8.4.3	<i>Analyse en composante principale (ACP)</i>	126
8.5	VERS UN SYSTÈME EXPERT D'AIDE AU DESIGN DES REMBLAIS	131
8.5.1	<i>Schéma général de l'outil expert</i>	131
8.5.2	<i>Modèles empiriques de prédiction de UCS</i>	133
9.	BILAN DE L'ACTIVITÉ DE RECHERCHE.....	138
9.1	SYNTHÈSE DES RÉSULTATS.....	139
9.2	RÉCAPITULATIF.....	145
9.3	GUIDE D'OPTIMISATION DE RECETTES POUR LES TROIS MINES ÉTUDIÉES	146
10.	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	147
10.1	CONCLUSIONS	147
10.2	PERSPECTIVES	148
11.	APPLICABILITÉ DES RÉSULTATS DU PROJET.....	148
12.	RETOMBÉES	149
13.	RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUES	149
14.	BIBLIOGRAPHIE.....	151

LISTE DES FIGURES

Figure 1.	Organigramme de la démarche suivie pour cette étude	3
Figure 2.	Diagramme ternaire des liants hydrauliques.....	10
Figure 3.	Schéma montrant la stabilité de quelques hydrates en fonction du pH.....	12
Figure 4.	Exemples d'une courbe de distribution et l'histogramme de la taille des grains	19
Figure 5.	Exemples de courbes de porosimétrie au mercure (deux injections du mercure).....	24
Figure 6.	Schématisation des essais de compression uniaxiale et triaxiale	26
Figure 7.	Courbe type d'un essai de compression uniaxiale d'un remblai cimenté en pâte.....	26
Figure 8.	Exemple de courbes d'essais de compression triaxiale d'un remblai cimenté en pâte	28
Figure 9.	Contraintes sur un plan quelconque au sein d'une éprouvette	29
Figure 10.	Représentation du critère de Mohr-Coulomb	29
Figure 11.	Mode de rupture des éprouvettes de remblai	30
Figure 12.	Distribution de la taille des grains des trois résidus étudiés	31
Figure 13.	Évolution de Sv du remblai LRD en fonction du pourcentage de liant	54
Figure 14.	Évolution de Sv du remblai LVT en fonction du pourcentage de liant	55
Figure 15.	Évolution de Sv du remblai HML en fonction du pourcentage de liant	56
Figure 16.	Évolution de UCS des 3 remblais pour chaque type de liant en fonction de la cure	74
Figure 17.	Courbes contrainte-déformation du remblai LRD à 4,5% CP	78
Figure 18.	Courbes contrainte-déformation du remblai LRD à 6% FA	78
Figure 19.	Courbes contrainte-déformation du remblai LVT à 4,5% CL	79
Figure 20.	Courbes contrainte-déformation du remblai HML à 4,5% CL	80
Figure 21.	Influence du % de soufre du résidu sur la résistance UCS obtenues avec les liants CP et FA	82
Figure 22.	Influence du % de soufre du résidu sur la résistance UCS obtenues avec les liants CL et SL	84
Figure 23.	Droites p-q des recettes optimales des trois remblais en pâte.....	86
Figure 24.	Évolution de c et ϕ des recettes optimales en fonction du pourcentage de soufre	86
Figure 25.	Droites p-q montrant l'influence du type de résidu dans le remblai.....	87
Figure 26.	Droites p-q montrant l'influence du type de liant utilisé dans le remblai.....	88
Figure 27.	Évolution de c et ϕ du remblai HML pour les trois types de liant	88
Figure 28.	Droites p-q montrant l'influence du pourcentage de liant dans le remblai.....	89
Figure 29.	Évolution de c et ϕ en fonction du pourcentage de liant.....	90
Figure 30.	Matrices des corrélations des différentes variables étudiées	109
Figure 31.	Cercle des corrélations des variables dans le plan factoriel 1-2	127
Figure 32.	Cercle des corrélations des variables dans le plan factoriel 2-3	129
Figure 33.	Organigramme de la structure de l'outil expert d'aide au design du remblai en pâte	132
Figure 34.	Relation entre la résistance UCS et le pourcentage de soufre du résidu.....	133
Figure 35.	Schéma récapitulatif de la synthèse des résultats obtenus	145
Figure 36.	Schéma du guide d'optimisation des recettes des trois mines étudiées.....	146

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1	Caractéristiques physiques des trois résidus étudiés.....	31
Tableau 2	Principaux éléments chimiques dans les résidus étudiés.....	32
Tableau 3	Composition chimique des eaux de gâchage des trois remblais fabriqués.....	32
Tableau 4	Principaux éléments chimiques dans les liants hydrauliques utilisés.....	33
Tableau 5	Composition des liants utilisés.....	33
Tableau 6	Recettes de mélange pour les trois résidus étudiés.....	34
Tableau 7	Nombre d'éprouvettes de remblai confectionnées.....	35
Tableau 8	Nomenclature des échantillons.....	35
Tableau 9	Résultats de l'analyse géochimique à l'électrode du remblai LRD.....	37
Tableau 10	Évolution du calcium Ca dans le remblai LRD avec la durée de cure.....	38
Tableau 11	Évolution du sulfate SO ₄ ²⁻ dans le remblai LRD avec la durée de cure.....	38
Tableau 12	Évolution du fer Fe dans le remblai LRD avec la durée de cure.....	39
Tableau 13	Évolution de l'aluminium Al dans le remblai LRD avec la durée de cure.....	39
Tableau 14	Évolution du silicium Si dans le remblai LRD avec la durée de cure.....	40
Tableau 15	Évolution du magnésium Mg dans le remblai LRD avec la durée de cure.....	40
Tableau 16	Résultats de l'analyse géochimique à l'électrode du remblai LVT.....	41
Tableau 17	Évolution du calcium Ca dans le remblai LVT avec la durée de cure.....	42
Tableau 18	Évolution du sulfate SO ₄ ²⁻ dans le remblai LVT avec la durée de cure.....	43
Tableau 19	Évolution du fer Fe dans le remblai LVT avec la durée de cure.....	43
Tableau 20	Évolution de l'aluminium Al dans le remblai LVT avec la durée de cure.....	44
Tableau 21	Évolution du silicium Si dans le remblai LVT avec la durée de cure.....	44
Tableau 22	Évolution du magnésium Mg dans le remblai LVT avec la durée de cure.....	45
Tableau 23	Résultats de l'analyse géochimique à l'électrode du remblai HML.....	45
Tableau 24	Évolution du calcium Ca dans le remblai HML avec la durée de cure.....	46
Tableau 25	Évolution du sulfate SO ₄ ²⁻ dans le remblai HML avec la durée de cure.....	46
Tableau 26	Évolution du fer Fe dans le remblai HML avec la durée de cure.....	47
Tableau 27	Évolution de l'aluminium Al dans le remblai HML avec la durée de cure.....	47
Tableau 28	Évolution du silicium Si dans le remblai HML avec la durée de cure.....	48
Tableau 29	Évolution du magnésium Mg dans le remblai HML avec la durée de cure.....	48
Tableau 30a	Commentaires sur les images MEB des échantillons de remblai LRD.....	50
Tableau 30b	Analyse EDS en plage totale d'échantillons de remblai LRD.....	52
Tableau 31a	Commentaires sur les images MEB des échantillons de remblai LVT.....	50
Tableau 31b	Analyse EDS en plage totale d'échantillons de remblai LVT.....	52
Tableau 32a	Commentaires sur les images MEB des échantillons de remblai HML.....	50
Tableau 32b	Analyse EDS en plage totale d'échantillons de remblai HML.....	53
Tableau 33	Surfaces spécifiques du remblai LRD.....	54
Tableau 34	Surfaces spécifiques du remblai LVT.....	55
Tableau 35	Surfaces spécifiques du remblai HML.....	56

Rapport principal

Tableau 36	Résultats de la porosimétrie au mercure du remblai LRD	57
Tableau 37	Familles et diamètres moyens des pores du remblai LRD	58
Tableau 38	Résultats de la porosimétrie au mercure du remblai LVT	58
Tableau 39	Familles et diamètres moyens des pores du remblai LVT	59
Tableau 40	Résultats de la porosimétrie au mercure du remblai HML	59
Tableau 41	Familles et diamètres des pores du remblai HML	60
Tableau 42	Masse volumique humide du remblai LRD au cours du temps de cure.....	61
Tableau 43	Masse volumique sèche du remblai LRD au cours du temps de cure.....	61
Tableau 44	Teneur en eau massique du remblai LRD au cours du temps	62
Tableau 45	Teneur en eau volumique du remblai LRD au cours du temps.....	63
Tableau 46	Degré de saturation du remblai LRD au cours du temps	63
Tableau 47	Indice des vides du remblai LRD au cours du temps.....	64
Tableau 48	Porosité théorique du remblai LRD au cours du temps	64
Tableau 49	Masse volumique humide du remblai LVT au cours du temps.....	65
Tableau 50	Masse volumique sèche du remblai LVT au cours du temps.....	65
Tableau 51	Teneur en eau massique du remblai LVT au cours du temps	66
Tableau 52	Teneur en eau volumique du remblai LVT au cours du temps.....	66
Tableau 53	Degré de saturation du remblai LVT au cours du temps	67
Tableau 54	Indice des vides du remblai LVT au cours du temps.....	67
Tableau 55	Porosité théorique du remblai LVT au cours du temps.....	68
Tableau 56	Masse volumique humide du remblai HML au cours du temps	68
Tableau 57	Masse volumique sèche du remblai HML au cours du temps.....	69
Tableau 58	Teneur en eau massique du remblai HML au cours du temps	69
Tableau 59	Teneur en eau volumique du remblai HML au cours du temps	69
Tableau 60	Degré de saturation du remblai HML au cours du temps	70
Tableau 61	Indice des vides du remblai HML au cours du temps.....	70
Tableau 62	Porosité théorique du remblai HML au cours du temps	71
Tableau 63	Résistance UCS du remblai LRD en fonction de la durée de cure	72
Tableau 64	Résistance UCS du remblai LVT en fonction de la durée de cure.....	73
Tableau 65	Résistance UCS du remblai HML en fonction de la durée de cure.....	73
Tableau 66	Contraintes principales de l'ensemble des essais sur le remblai LRD.....	79
Tableau 67	Contraintes principales de l'ensemble des essais sur le remblai LVT.....	79
Tableau 68	Contraintes principales de l'ensembles des essais sur le remblai HML	80
Tableau 69	Résultats des paramètres mécaniques des trois remblais en pâte.....	85
Tableau 70	Résultats de l'ACP normée pour les quatre premiers axes principaux	127

SOMMAIRE

L'utilisation du remblai en pâte (mélange de résidus miniers et de liants hydrauliques tels que le ciment Portland, les cendres volantes, le laitier de haut fourneau, etc) comme pilier secondaire est une pratique courante dans de nombreuses mines à travers le monde, et particulièrement au Québec. Des travaux récents ont mis en évidence la possibilité de la perte de résistance mécanique du remblai au cours du temps due à l'altération chimique. L'objectif de cette activité de recherche est de caractériser les paramètres contrôlant le choix des agents de cimentation (liants hydrauliques) et leur proportion dans le remblai en pâte en fonction du type de résidu utilisé.

À partir de trois résidus ayant trois teneurs différentes en soufre (5%, 16% et 32%) provenant de trois mines différentes du Nord-ouest québécois et de l'Ontario, 33 recettes de mélange ont été créées avec quatre types de liant hydraulique à trois pourcentages différents de la masse de résidu utilisée (3%wt, 4,5%wt et 6%wt) conduisant à un total de 609 éprouvettes de remblai en pâte. Ces éprouvettes ont été curées à 14, 28, 56 et 91 jours dans une chambre à humidité contrôlée. À chacune de ces quatre dates de cure, des échantillons ont été caractérisés aux moyens de plusieurs paramètres quantitatifs sur le plan (i) chimique et géochimique, (ii) microstructural, (iii) physique et géotechnique, et (iv) mécanique.

La caractérisation géochimique a montré l'absence d'un processus d'altération chimique (stabilité chimique) pouvant conduire à une chute de la résistance mécanique du remblai en pâte, attribuable vraisemblablement au maintien des éprouvettes dans une humidité constante. Les caractérisations physique et microstructurale ont montré que les remblais LRD, LVT et HML (sauf avec le liant CL) avaient une très faible porosité libre (faible capacité de drainage). La caractérisation mécanique a montré que la résistance mécanique dépendait beaucoup du type de liant mais surtout de la teneur initiale en soufre du résidu utilisé.

Cette étude a permis de mieux cerner l'influence de la composition chimique des différentes phases en présence dans le remblai cimenté en pâte (eau de gâchage, résidu, liants) ainsi que leur proportion sur les propriétés physiques et mécaniques du remblai en pâte en vue de son utilisation sécuritaire.

Mots clés : Résidu minier, Liant hydraulique, Remblai en pâte, Propriétés géotechniques, Comportement mécanique, Compression uniaxiale, Compression triaxiale, Altération chimique, Analyse chimique, Analyse statistique.

0. INTRODUCTION

L'exploitation des gisements par excavation souterraine et de plus en plus en profondeur, entraîne des défis d'ordre économique, sécuritaire et environnemental à relever par les opérateurs miniers. Sur le plan de la sécurité, le défi à relever est celui d'utiliser du remblai cimenté capable d'assurer la stabilité des excavations souterraines. À cet effet, l'utilisation du remblai cimenté en pâte est une pratique courante de nombreuses mines à travers le monde, et particulièrement au Québec. Le remblai en pâte est un mélange de résidus miniers et de liants hydrauliques (ciment Portland, cendres volantes, laitier de haut fourneau, etc.). Le rôle des liants hydrauliques est de conférer une certaine résistance au remblai cimenté en pâte destiné à assurer la stabilité des cavités excavées permettant ainsi l'extraction des piliers de soutènement secondaire pour une exploitation plus complète du gisement.

Les avantages de l'utilisation du remblai en pâte sont l'amélioration des méthodes d'exploitation, l'augmentation des réserves exploitées et la baisse des coûts des opérations minières. L'utilisation du remblai en pâte permet également de réduire la quantité de résidus miniers générateurs d'acidité stockés en surface, de 100% à 35% de la production totale de résidus, favorisant ainsi une meilleure gestion des problèmes environnementaux.

La maniabilité du remblai en pâte ou la facilité de son pompage de la surface vers les cavités souterraines à travers les pipelines dépend de sa consistance (propriétés rhéologiques). La consistance est habituellement mesurée à l'aide du test d'affaissement au cône d'Abrams (ou slump) et dont la valeur optimale doit être comprise entre 6" et 10" (soit environ 150 et 250 mm). Cette valeur optimale du slump est contrôlée par le pourcentage de solides dans le remblai (résidu et liant hydraulique) qui varie entre 75% et 85%. Le processus de fabrication du remblai en pâte consiste à (i) filtrer le résidu (pulpe épaisse contenant 69% à 75% de solides) selon plusieurs techniques (épaisseur, filtre à disques, filtre presse, ...) (ii) rajouter un pourcentage de liant variant entre 3% et 7% de la masse de résidu (iii) rajouter de l'eau pour produire un slump optimal de 6" ou 7" et (iv) pomper le remblai en pâte sous-terre.

0.1 PROBLÉMATIQUE

Des travaux antérieurs ont montré que les propriétés mécaniques et rhéologiques du remblai cimenté en pâte dépendaient des paramètres physico-chimiques tels que la minéralogie, la composition chimique du résidu minier, sa densité et sa granulométrie, la teneur en eau, le type de liant et sa proportion. C'est pourquoi lors de la fabrication du remblai en pâte, les questions du potentiel de liquéfaction et de la perte de résistance à long terme du remblai sont toujours posées. En effet, la liquéfaction du remblai peut entraîner une rupture brutale des barricades à remblai et l'ensevelissement des galeries d'accès, mettant ainsi en danger la vie des travailleurs miniers.

La liquéfaction est contrôlée essentiellement par la cohésion et le degré de saturation du remblai en pâte. D'autre part, des études antérieures (Regourd 1980; Mielenz *et al.*, 1992; Divet 1996; Ouellet *et al.*, 1998; Benzaazoua *et al.*, 1999; Bernier *et al.*, 1999) ont mis en évidence une possible chute de la résistance mécanique du remblai au cours du temps due à l'altération chimique. La conséquence de ce phénomène est un effondrement potentiel de la masse de remblai pouvant entraîner de nombreux dégâts et menacer la sécurité des travailleurs miniers.

0.2 OBJECTIFS DU PROJET DE RECHERCHE

Dans l'éventualité que le remblai en pâte en place dans le chantier soit saturé, la cohésion due au liant hydraulique doit être suffisante et stable dans le temps pour éliminer les risques de liquéfaction. Cette stabilité de la cohésion peut dépendre également de la stabilité chimique des phases en présence (eau de gâchage, liant hydraulique, résidu minier). Il apparaît donc primordial de pouvoir optimiser la recette de remblai offrant une bonne résistance mécanique et un meilleur équilibre physico-chimique tout en minimisant les coûts de réalisation. C'est pour toutes ces raisons que ce projet de recherche vise à caractériser (i) les paramètres contrôlant le choix des agents de cimentation (liants hydrauliques) et leur proportion dans le remblai en pâte (ii) la stabilité chimique du remblai cimenté par le biais de l'étude de son altérabilité chimique (iii) l'influence de la durée de cure sur les propriétés physiques et mécaniques du remblai cimenté et (iv) la capacité de drainage du remblai en pâte (état de saturation) par la quantification de la porosité effective.

0.3 DÉMARCHE SUIVIE

Afin d'atteindre les objectifs fixés, une large grille d'essais a été élaborée concernant la fabrication de différentes recettes de mélange composées de résidus provenant des différentes mines du Nord-ouest Québécois, avec différentes compositions de liant, à différentes proportions, à la même teneur en eau de mise en place et à différentes durées de cure. La figure 1 présente l'organigramme de la démarche suivie pour cette recherche. Les différents échantillons obtenus ont fait l'objet d'une caractérisation

- chimique et géochimique par des analyses à l'électrode et à l'ICP,
- physique par le calcul de la porosité, de l'indice des vides, du degré de saturation et par la détermination de la granulométrie,
- microstructurale par des observations au microscope électronique à balayage, la quantification de la surface spécifique et de la porosité au mercure,
- mécanique par des essais de compressions uniaxiale et triaxiale.

0.4 FIL CONDUCTEUR DU RAPPORT

Dans ce rapport nous présentons tout d'abord une revue de littérature concernant la fabrication, l'optimisation et l'évolution des caractéristiques mécaniques du remblai en pâte au cours du temps. Nous décrivons dans un deuxième temps les procédures expérimentales pour l'ensemble des caractérisations (chimique-géochimique, physique et mécanique). Nous expliquons ensuite comment les éprouvettes de remblai destinées aux différents essais ont été fabriquées et conditionnées au laboratoire. En effet, de la finesse de cette procédure dépendra la qualité et la fiabilité de l'ensemble des résultats à obtenir. Par la suite, nous présentons les résultats de la caractérisation chimique et géochimique, ceux de la caractérisation de la microstructure du remblai en pâte, ceux de la caractérisation physique et enfin ceux de la caractérisation mécanique. Après avoir fait le lien entre les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques, nous concluons ce rapport par une ébauche d'un outil expert d'aide à l'optimisation des recettes de remblai en partant de certaines données initiales liées au site minier.

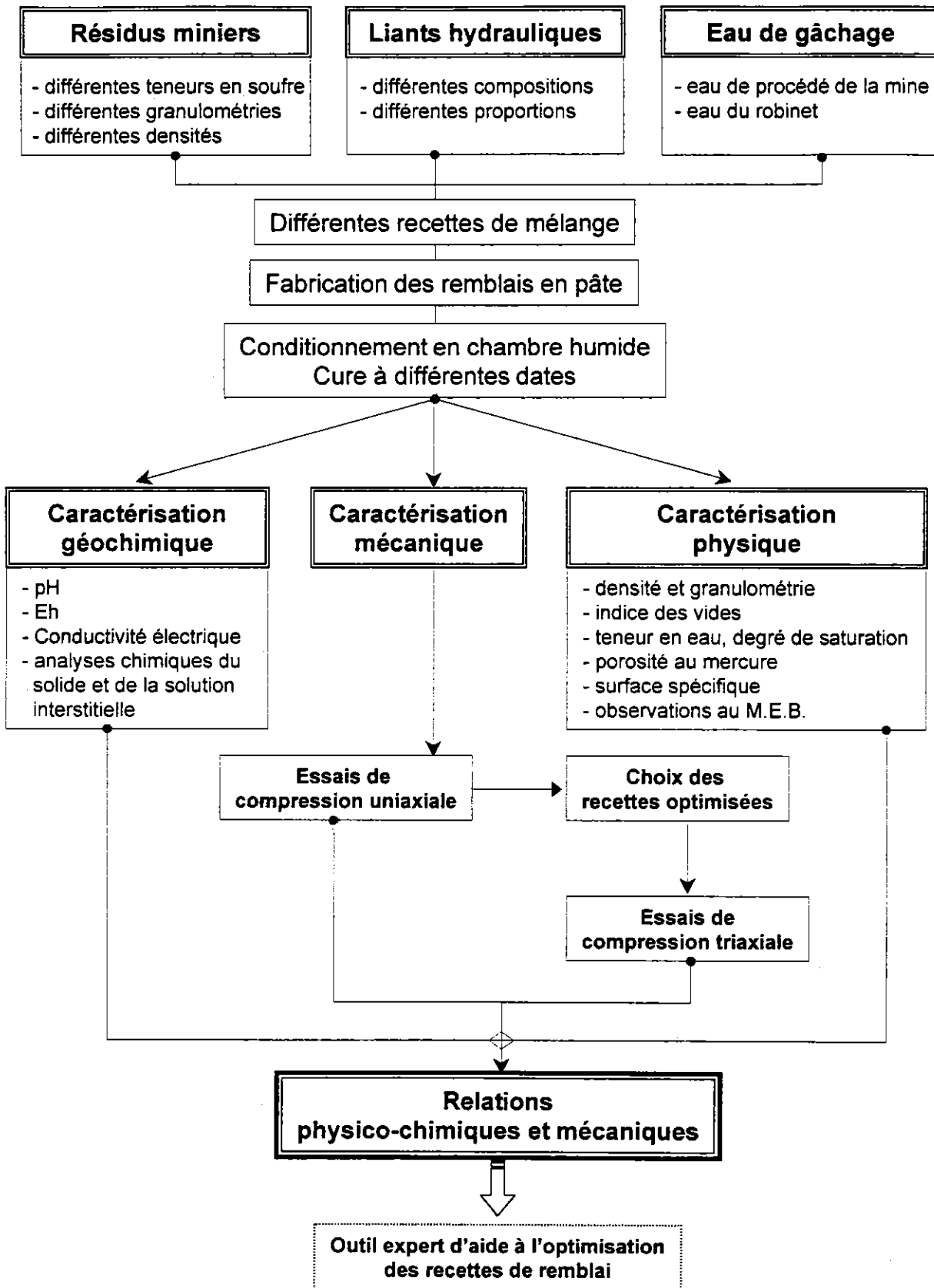


Figure 1. – Organigramme de la démarche suivie pour cette étude

1. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans ce premier chapitre nous faisons une revue de la littérature sur la fabrication du remblai en pâte, sa caractérisation physique, mécanique et chimique au cours du temps. Mais nous nous intéressons plus particulièrement au cas du remblai en pâte fabriqué et étudié en laboratoire tout en respectant les facteurs *in situ*. Signalons au passage que la littérature sur ce sujet n'est pas exhaustive.

1.1 PROCÉDURE DE FABRICATION DU REMBLAI EN PÂTE

Afin de pouvoir pomper le remblai sous-terre à l'aide des pipelines et de pompes puissantes, celui-ci doit avoir des propriétés rhéologiques (consistance ou viscosité) d'un fluide non Newtonien. La consistance du remblai en pâte est mesurée à l'aide du test d'affaissement au cône d'Abrahms (slump). Selon Landriault *et al.* (1997), la valeur optimale du slump doit être comprise entre 6" et 10" (soit 150 mm et 250 mm) pour permettre un meilleur pompage du remblai en pâte.

Les différents types de liant couramment utilisés à travers le monde sont le ciment Portland, le mélange ciment/cendres volantes et les scories (laitier) de haut fourneau de fonderie de fer. Là où les cendres volantes sont économiquement disponibles, le mélange à 50:50 ou à 70:30 de ciment et de cendres volantes est souvent employé pour consolider le remblai minier. Ceci est dû au fait que les cendres volantes sont pouzzolaniques et requiert la présence de ciment Portland pour s'hydrater et produire la résistance attendue dans le remblai.

Dans les endroits où les scories sont disponibles, elles sont utilisées seules ou mélangées avec une faible quantité de chaux (3% de la masse de résidu ou 3%wt) ou du ciment (10%wt) pour produire une bonne résistance finale dans le remblai. Toutefois, les scories peuvent s'hydrater sans la présence de ciment ou de chaux mais à des vitesses lentes. L'addition de chaux ou de ciment agit comme un catalyseur pour accélérer la réaction d'hydratation des scories.

Contrairement au calcul du mortier et béton qui repose essentiellement sur le rapport eau/ciment (E/C), le calcul du mélange de remblai est basé sur le rapport eau/solide (E/S), le solide étant constitué du résidu et du liant hydraulique. Ceci est dû essentiellement à l'utilisation de très faibles quantités de liant comparativement à la quantité du "granulat" qu'est le résidu. La procédure classique de fabrication du remblai en pâte dans les usines à remblai des mines est la suivante :

- filtrage du résidu hydraté (ou pulpe) selon plusieurs techniques (épaississeur, filtre à disques, filtre presse, etc.),
- ajout d'un pourcentage de liant hydraulique (ciment Portland, cendres volantes, laitier de haut fourneau, pouzzolanes, chaux, fumée de silice, etc.),
- ajout d'eau de gâchage (eau de procédé de la mine) pour produire un slump optimal compris entre 150 mm et 250 mm
- pompage du remblai en pâte sous-terre à l'aide de pipelines.

1.1.1 Détermination de la résistance limite du remblai

Le choix de la résistance limite ou minimale du remblai en pâte à atteindre dépend de son utilisation. Lorsque le remblai est destiné à supporter le toit d'une excavation, on doit s'intéresser à la rigidité et à la résistance sous confinement, tandis que si le remblayage doit laisser une face exposée, on doit s'intéresser en premier lieu à la résistance au cisaillement τ (Stone 1993). Dans la pratique c'est la résistance à la compression uniaxiale UCS (uniaxial compressive strength) qui est le plus souvent utilisée à partir du moment où elle peut être corrélée avec les autres paramètres mécaniques tels que le module de Young E , la résistance à la traction σ_t et la cohésion c . Lorsque le remblai est destiné à supporter le toit, la valeur limite de UCS est de l'ordre de 5 MPa, tandis que dans le cas de la face exposée, UCS désiré est souvent de l'ordre de 1 MPa.

Pour le rôle de support du toit, c'est la modélisation numérique à l'aide de codes de calcul 2D et/ou 3D qui permet d'avoir un ordre de grandeur de l'amplitude de la raideur et de la résistance minimale requise pour éviter la subsidence et la convergence. La modélisation physique à l'aide de centrifugeuses peut être une alternative à la modélisation numérique mais son application est souvent limitée à de simples modèles de gravitation ne tenant pas compte de la tectonique et des contraintes horizontales. En l'absence de modélisation numérique, les ingénieurs des mines se basent sur l'analyse de l'équilibre limite en 2D accompagnée d'un facteur de sécurité pour déterminer la stabilité du remblai (surestimation de la résistance minimale). Récemment, des méthodes empiriques pseudo-3D ont été développées et prenant en compte les contraintes de flexion et la cohésion le long des faces des murs (Mitchell 1983, Mitchell 1989a et b, Mitchell and Roettger 1989).

1.1.2 Optimisation de la recette de mélange

L'optimisation d'une recette de mélange consiste à faire un choix judicieux du type de liant et de sa proportion, et du pourcentage de solide dans le mélange final pour fabriquer un remblai capable de répondre aux caractéristiques mécaniques souhaitées, en particulier la valeur de UCS. Toutefois, la "durée de vie" du remblai dépendra de la composition minéralogique et de la granulométrie du résidu ainsi que de l'évolution géochimique du remblai.

a) Importance du pourcentage de solides

La masse d'eau de gâchage nécessaire pour la fabrication du remblai en pâte peut être déterminée en connaissant soit le pourcentage solide du remblai en pâte et par conséquent sa teneur en eau de mise en place, soit la valeur de son affaissement. Ces deux paramètres sont déterminants sur la qualité du remblai fabriqué. En effet, une faible variation du pourcentage solide affecte significativement la consistance de la pâte. Par exemple, une variation de l'ordre de 0,5% du pourcentage solide peut entraîner une variation de 25 mm (1") de la valeur du slump (Landriault *et al.*, 1997). D'autre part, selon les mêmes auteurs la valeur optimale du slump de 150 mm (7") ne détermine pas nécessairement la valeur du pourcentage des solides d'un mélange.

En effet, Landriault (1995) a montré que 3 remblais de même affaissement de 150 mm contenant 3 types de résidu (grossier, moyen et fin) ont donné 3 pourcentages des solides différents. Un résidu grossier contient environ 20% de passant à 20 μm , un résidu moyen en contient environ 45% et un résidu fin en contient environ 80%. Les pourcentages de solides obtenus sont

respectivement de 79% (résidu grossier), 75% (résidu moyen) et 70% (résidu fin). Cette différence dans le pourcentage des solides est dû principalement à leurs propriétés colloïdales et surtout à leur capacité de rétention d'eau qui est dictée par la distribution granulométrique de ces résidus. Plus la quantité des grains de dimension inférieure à 20 μm est élevée et plus la capacité de rétention des molécules d'eau est importante et par conséquent la teneur en grains solides sera faible.

Le critère du test d'affaissement ne suffit donc pas à lui seul pour déterminer le pourcentage des solides à prendre en compte pour les mélanges. Il faudrait également tenir compte de la granulométrie du résidu qui doit contenir au minimum 15% de passant à 20 μm pour du remblai en pâte et seulement 8% pour du remblai hydraulique (Landriault, 1995). Ce qui est le cas de la plupart des résidus issus des concentrateurs de sulfures de valeur.

Les résultats des travaux de cet auteur montrent qu'un remblai en pâte contenant 70% de solides composés de résidu fin (80% de passant à 20 μm) présente sensiblement la même résistance à la compression uniaxiale qu'un remblai hydraulique contenant également 70% de solides composés de résidu classifié ou très grossier (8% de passant à 20 μm). Ce phénomène est probablement dû au fait que les deux remblais ont été coulés avec le même rapport eau/ciment.

Les mélanges fabriqués au laboratoire doivent être les plus proches possibles de ceux rencontrés *in situ*. Mais en l'absence d'une norme ou d'un protocole particulier, le calcul du rapport eau/(résidu + liant), qui correspond en réalité à la teneur en eau du mélange, peut se faire en compilant les valeurs des teneurs en eau et/ou des pourcentages des solides trouvés dans la littérature afin de rester dans une gamme très proche de l'état *in situ*.

Dans la littérature sur le remblai en pâte (Barsotti 1978; Lamos et Clark 1989; Landriault 1995; Naylor *et al.*, 1997; Landriault *et al.*, 1997; Petrolito *et al.*, 1998 et bien d'autres...), on trouve globalement que les mélanges se font sur la base d'une pulpe (filtrée ou séchée) contenant 69%-75% de solides (résidu) pour donner des remblais en pâte contenant 75%-85% de solides (résidu + liant). Dans la suite de ce rapport, nous avons adopté cette solution.

b) Importance de la densité relative du résidu

Signalons que même si la masse volumique des grains solides (ρ_s) ou leur densité relative (G_s) n'est pas souvent prise en compte dans les calculs des mélanges, selon Landriault *et al.* (1997) elle est une propriété importante du résidu pouvant avoir un très grand impact dans la réponse du remblai lors de sollicitations diverses. Selon les mêmes auteurs, la valeur de G_s des résidus varie entre 2,5 (résidus non sulfureux) et 4 (résidus riches en sulfures).

Pour étudier l'influence du rapport eau/solide (E/S), Lamos et Clark (1989) ont travaillé sur des mélanges de densités relatives comprises entre 1,8 et 2 et donnant respectivement un rapport E/S compris entre 0,44 et 0,28. Leurs résultats montrent l'avantage de travailler avec une forte densité relative (faible teneur en eau) plutôt que le contraire (forte teneur en eau). Les conclusions de leurs travaux montrent qu'en dehors de l'importance de la composition minéralogique du résidu, de sa porosité et de sa perméabilité, la teneur en eau est un facteur critique déterminant dans la résistance à la compression uniaxiale des remblais en pâte cimentés.

c) Importance des adjuvants

Il faut noter qu'en plus des liants classiques, certains adjuvants peuvent être ajoutés au résidu pour faciliter sa filtration ou au mélange pour contrôler la vitesse d'hydratation et certaines propriétés rhéologique du remblai. Il s'agit des réducteurs d'eau (ou plastifiants, dispersants, fluidifiants), les entraîneurs d'air, les accélérateurs de prise (ou de durcissement), les retardateurs de prise etc. Les réducteurs d'eau ont pour effet de baisser le rapport eau/ciment de l'ordre de 5-15%. Ce pourcentage peut être doublé en utilisant des superplastifiants. Pour cette étude les adjuvants ne seront pas utilisés.

1.2 CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES DES REMBLAIS EN PÂTE

L'acquisition de la résistance du remblai en pâte fabriqué avec les différents types de liant hydraulique n'est pas la même. Le ciment Portland, par exemple, confère de très fortes résistances aux mortiers mais de plus faibles résistances aux remblais en pâte. Ceci pourrait s'expliquer par des rapports eau/ciment (E/C) élevés et une mauvaise distribution de la taille des grains du résidu dans les remblais en pâte.

1.2.1 Performance des différents types de liant

Landriault *et al.* (1997) ont observé que pour des remblais siliceux fabriqués avec différents types de liant, environ 65% du gain de résistance est obtenu seulement après 7 jours de cure. Après 28 jours de cure, 95% de la résistance est obtenu et le 5% restant étant lentement obtenu avec le temps.

a) Cas des ciments aux cendres volantes

Lorsque le liant est composé de ciment Portland et de cendres volantes, 65% de la résistance est obtenue après 7 jours de cure et elle est due au ciment Portland puisque les cendres volantes ne confèrent de la résistance qu'au bout de 10 à 14 jours de cure. À 28 jours de cure le ciment aux cendres volantes permet d'atteindre la résistance obtenue avec une masse équivalente de ciment Portland dans de nombreux remblais, mais ceci ne représente en réalité que 60% du potentiel de résistance que peut procurer le liant. Dans de nombreux cas, le remblai continue d'acquérir de la résistance au-delà de 28 jours pour atteindre une résistance finale plus importante que celle que l'on pourrait obtenir avec une masse équivalente de ciment Portland.

b) Cas des scories de haut fourneau de fer

Selon les mêmes auteurs, les scories sont un peu similaires aux cendres volantes, mais les scories ne conféreront aucune résistance au remblai avant 14 jours de cure. Mais en ajoutant de la chaux ou du ciment, l'hydratation est accélérée créant ainsi une résistance après seulement 7 jours de cure, et une résistance similaire obtenue pour une masse équivalente de ciment Portland après 28 jours de cure. La conséquence de l'accélération de l'hydratation est que l'on obtient une faible résistance finale.

c) Influence de la composition du résidu

Lorsque le résidu servant à la fabrication du remblai en pâte est sulfureux (pyriteux par exemple), les performances des scories et du ciment aux cendres volantes sont affectées. Un remblai à résidu pyriteux fait avec du ciment aux cendres volantes développera des résistances finale et à long terme plus importantes que celles produit par un remblai à résidu siliceux.

Les scories sont bien plus réactives dans le remblai à résidu pyriteux, développant une résistance équivalant à celle obtenue avec une masse égale de ciment après seulement 7 jours de cure, et deux fois la résistance après 28 jours. Produire des résistances cinq fois celles produites par le ciment Portland avec une cure à long terme est très fréquente lorsque les scories sont mélangées aux résidus pyriteux.

d) Influence de la composition de l'eau de gâchage

Le pH de l'eau de gâchage et surtout la présence de sulfates retardent l'hydratation et empêchent la formation de la portlandite (instable à $\text{pH} < 12,5$). Cette eau est en grande partie l'eau de procédé de la mine.

1.2.2 Modélisation de la résistance du remblai en pâte

a) Modèle empirique de Mitchell et Wong

Les résultats de nombreux travaux effectués par Weaver et Luka (1970), Sallert (1978) et Thomas *et al.* (1979) ont été présentés sous forme de graphes de variations de la résistance à la compression uniaxiale (UCS) du remblai en fonction de nombreux paramètres (variables indépendantes). Mitchell et Wong (1982) ont montré que ces paramètres pouvaient être inter-reliés empiriquement. Par exemple, pour un pourcentage donné de liant, l'UCS peut être représenté sur un graphique en fonction de la relation empirique ($w^{-n}n^{-6}$) pour former une droite dite de résistance. Pour différents pourcentages de liant, on aura différentes droites de résistance. L'intercepte et la pente de chacune de ces droites dépendent du pourcentage de liant de telle sorte que l'UCS d'un remblai en pâte donné peut être évalué par la relation

$$UCS(\text{kPa}) = k_1 c^a \left(n^{-6} w^{-n} + k_2 \right) \quad (1)$$

où n est la porosité, w la teneur en eau (%), c le pourcentage de liant (%), a , k_1 , k_2 des constantes à déterminer expérimentalement. L'intercepte de la droite est $k_1 \cdot k_2 \cdot c^a$, la pente est $k_1 \cdot c^a$ et k_2 est obtenu avec le rapport intercepte / pente.

À partir des résultats de Weaver et Luka (1978), Mitchell et Wong (1982) ont trouvé que la constante a variait entre 1,1 et 1,7 pour différents types de résidu. Cette relation empirique a été obtenue pour une durée de cure de 28 jours. En l'utilisant avec un nombre limité de résultats de laboratoire statistiquement significatifs, on peut obtenir différentes valeurs des constantes a , k_1 , k_2 afin d'évaluer l'influence des variations de la proportion en ciment et de la teneur en eau sur la résistance mécanique du remblai. Mais l'inconvénient de ce modèle est qu'il nécessite la connaissance *a priori* de la teneur en eau (w) et la porosité (n) du remblai à 28 jours. Par conséquent, il s'agit juste d'un modèle de visualisation et d'interprétation des résultats plutôt qu'un modèle prédictif de UCS. Son usage est donc très restreint.

b) Modèle empirique de Lamos et Clark

Dans le même ordre d'idées, Lamos et Clark (1989) ont tenté de modéliser la résistance à la compression uniaxiale du remblai en fonction de sa composition en liant et du type de résidu. Ceci dans le but bien sûr d'aider les ingénieurs à la conception du remblayage en pâte. Un modèle empirique a été élaboré pour une durée de cure de 28 jours à 30°C et 100% d'humidité :

$$UCS(\text{MPa}) = 1\text{MPa} \times \exp\left(p_1 + \left(p_2 \left(\frac{OPC}{E} + p_3 \frac{PFA}{E} + p_4 \frac{PBF}{E}\right)\right) \cdot \left(1 + p_5 \frac{CT}{NCS} + p_6 \frac{CW}{NCS}\right) + p_7 \frac{NCS}{E}\right) \quad (2)$$

où les constantes $p_1=-2,15$; $p_2=5,65$; $p_3=0,67$; $p_4=1,6$; $p_5=-0,07$; $p_6=-0,34$; $p_7=0,21$; et les variables OPC = ciment Portland ordinaire (ordinary Portland cement), PFA = cendres pulvérisées de carburant (pulverised fuel ash), PBF = ciment de haut fourneau de Portland (Portland blast furnace cement), E = eau, CT = résidu classifié (classified tailings), CW = déchets broyées (comminuted waste) et NCS = particules non cimentaires (non-cement solids) représentent des masses exprimées en gramme (g).

Le domaine de validité de ce modèle empirique, est que le rapport eau/ciment doit être compris entre 2 et 10 et le rapport solide (résidu + liant)/eau compris entre 2 et 5. Ce modèle n'est plus applicable dans des conditions de cure différentes, à moins de le modifier. La relation (2) est adimensionnelle, mais les auteurs lui force à avoir une unité de contrainte en la multipliant par 1 MPa et ceci sans aucun fondement apparent. En admettant que cette "mystérieuse" relation est valable, elle permettra d'optimiser les recettes de mélange de remblai, connaissant la résistance limite et disposant d'un type de résidu donné, la quantité nécessaire de liant est calculée en utilisant l'eau et le liant choisi. L'influence de la variation des quantités d'eau et de liant mélangées avec un résidu donné peut être également évaluée.

En comparant les résultats du modèle aux valeurs expérimentales, Lamos et Clark (1989) ont trouvé que les prédictions du modèle sont à $\pm 25\%$ des valeurs observées. Toutefois, ce modèle a été présenté par les auteurs comme un guide général vers ce que pourrait être la résistance de matériaux de certaines compositions, plutôt qu'un modèle définitif.

1.3 CARACTÉRISTIQUES CHIMIQUES DES REMBLAIS EN PÂTE

Il est maintenant bien connu que la présence d'espèces soufrée dans les matériaux cimentés (par exemple, mortier et béton dans l'industrie du bâtiment) peut entraîner une détérioration de la qualité dans les travaux de construction (Regourd 1984; Ducic et Miletic 1987; Deloye 1989; Vernet 1992; Divet 1996). Le même phénomène a été observé dans beaucoup de remblais riches en soufre.

En effet, le fort taux de sulfure et la faible quantité de ciment favorisent les réactions chimiques. Les ciments riches en calcium comme le ciment Portland ordinaire présentent l'inconvénient d'avoir une faible résistance à l'attaque sulfatique des liens de cimentation (Benzaazoua 1996). Pour limiter les effets néfastes des sulfates dans le remblai, le ciment Portland peut être utilisé avec des additions de minéraux naturels ou artificiels ayant des propriétés plus ou moins hydrauliques (laitier de haut fourneau, cendres volantes, fumée de silice, pouzzolanes, fillers). La figure 2 présente le diagramme ternaire de ces différents liants en fonction de leurs teneurs en SiO_2 , CaO , MgO , Al_2O_3 et Fe_2O_3 .

Le ciment Portland, qui est le plus utilisé de part le monde, est un mélange de clinker (roche artificielle) et de gypse (régulateur de prise), finement broyés. Le clinker est obtenu dans les fours rotatifs par cuisson à haute température, d'un mélange de calcaire et d'argile. Le clinker est composé essentiellement du silicate de calcium (principalement le silicate tricalcique à 50-70%), du silicate bicalcique (20%), de l'aluminate tricalcique (8-10%) et de l'aluminoferrite de calcium.

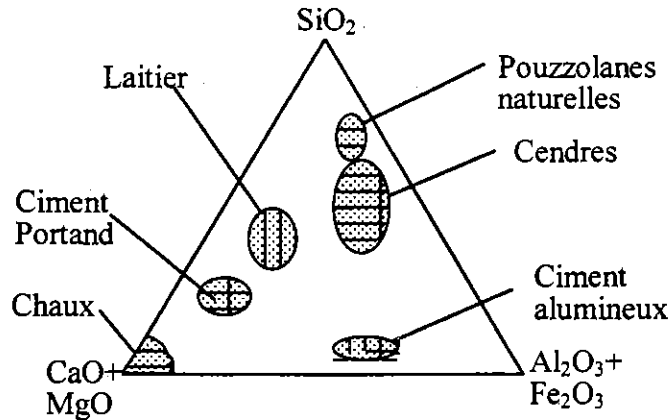


Figure 2. – Diagramme ternaire des liants hydrauliques (tiré de Benzaazoua et Bussière 1999a)

1.3.1 Hydratation du ciment Portland

Les principaux constituants du ciment Portland, à savoir les silicates bicalciques et tricalciques, et l'aluminate tricalcique sont hydrauliques, c'est-à-dire qu'ils donnent en présence d'eau des hydrates qui précipitent et s'organisent en une structure mécaniquement résistante. L'hydratation du ciment est donc l'ensemble des réactions chimiques qui se produisent entre le ciment et l'eau et ceci dès leur mise en contact (gâchage). Les principaux hydrates formés sont l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (appelé portlandite), les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et les aluminates de calcium hydratés. Les fibres de C-S-H ont la propriété de se souder à elles-mêmes et aux parois environnantes par des ponts d'ions calcium ou des ponts hydrogène très solides qui seront à l'origine de la résistance mécanique du remblai. La portlandite quant à elle joue un rôle notable dans la durabilité du remblai. La cure modifie la quantité des hydrates, mais aussi leur nature. En effet, dans la séquence des réactions d'hydratation, certaines périodes réactionnelles sont caractérisées par la dissolution d'hydrates initiaux, par exemple l'ettringite, pour en former de nouveaux : monosulfoaluminate, puis aluminates hydratés hexagonaux.

Le ciment Portland peut être additionné de divers minéraux naturels ou artificiels selon le résultat escompté. Ainsi, en jouant sur les additions minérales telles que le laitier de haut fourneau (ou slag), les cendres volantes (ou Fly ash), les pouzzolanes ou les fumées de silice, il est possible de faire varier sensiblement la nature et la texture des hydrates formés. Un de leurs effets les plus notables est de réduire la proportion de portlandite dans les hydrates.

a) Pouzzolanes et cendres volantes

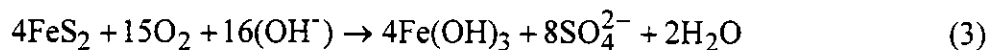
Les pouzzolanes et les cendres volantes des centrales thermiques produisent un effet plus lent et consomment la portlandite pour former plus de silicates de calcium hydratés C-S-H (effet pouzzolanique). Les fumées de silice ont un rôle analogue et permettent de parfaire le remplissage granulaire des ciments. Le rapport Si/Ca permet de quantifier l'effet pouzzolanique d'un liant donné. Cet effet correspond à la consommation de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et la fabrication des gels C-S-H qui résistent mieux à l'action des sulfates. Plus le rapport Si/Ca est élevé et plus l'hydratation du ciment est lente. Les cendres volantes, les fumées de silice et les laitiers sont dotés de cet effet.

b) Laitier de haut fourneau

Le laitier de haut fourneau granulé est un verre calcique riche en silice et alumine. Activé par la chaux et les sulfates libérés par l'hydratation du ciment Portland, il se dissout et participe à la formation des hydrates. Une fois hydratés, les ciments au laitier (addition du laitier au ciment Portland) contiennent moins de portlandite, plus de C-S-H et plus d'aluminates hydratés que les ciments Portland purs.

1.3.2 Altération chimique du remblai en pâte

Le remblai en pâte peut être considéré comme ayant une porosité élevée, mais généralement une faible conductivité hydraulique due à la présence du ciment et de la granulométrie du résidu. Dans ces conditions, les solutions chimiquement agressives peuvent circuler (diffusion, capillarité) à travers l'échantillon et l'affaiblir mécaniquement. Les processus d'altération chimique incluent les transferts de fluides, les réactions d'interface solide/fluide, la pression capillaire et la croissance cristalline (Regourd 1984). Pour améliorer la résistance à l'altération il faudrait limiter le transfert de fluide. Les grains de sulfure seront alors protégés contre la diffusion de l'oxygène et la mobilité de produits chimiques. L'oxydation de sulfure (pyrite principalement) dans les matériaux cimentés peut consommer les ions hydroxyle (OH^-) selon la réaction suivante :



Les agents de cimentation (liant) dans le remblai contribuent à la neutralisation de l'acidité produite jusqu'à ce que les phases hydratées alcalines soient épuisées. La portlandite, les C-S-H, et le sulfoaluminate réagissent dans cet ordre pour assurer le potentiel neutralisant. Les résultats de la dissolution des hydrates est la précipitation des hydroxydes de fer, du gypse et/ou de l'ettringite secondaires $3\text{CaSO}_4 \cdot 3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ quand des ions aluminates sont disponibles (à partir de la dissolution du C3A anhydre ou d'un aluminosilicate). D'autre part, une forte porosité apparaît entraînant le relâchement de la matrice. Le gypse et l'ettringite sont des phases expansibles. À pH au-dessous de 9, toutes les phases hydratées de ciment sont dissoutes. La pâte de remblai cimenté durcie est composée alors de gypse, de fer, de silicium et des hydroxydes d'aluminium seulement (inspiré de Vernet 1997).

De nombreux travaux ont déjà été réalisés durant ces dernières années pour la mise en évidence de l'impact des réactions chimiques sur la qualité des remblais (Lamos et Clark 1989; Mitchell 1989; Viles et Davis 1989; Picquet et al., 1995; Ouellet et al., 1998; Benzaazoua 1999). Une étude récente de Benzaazoua *et al.*, (1999) sur des échantillons de remblai en pâte carottés *in situ* a montré la présence d'un système de micro-fractures accompagnées de traces d'oxydation, qui sont typiques d'une altération chimique. La phase cimentaire dans ce cas était constituée essentiellement de gypse secondaire.

1.3.3 Stabilité des hydrates en fonction du pH

Le pH est l'un des paramètres essentiels dans la stabilité des hydrates, il reste élevé (entre 12 et 13) tant qu'il est tamponné par la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Un apport externe d'acidité (ex. oxydation de sulfures) provoque une consommation de celle-ci jusqu'à son épuisement, l'effet tampon sera alors assuré par les autres hydrates. La figure 3 montre le diagramme de stabilité de quelques phases hydratées du ciment en fonction du pH.

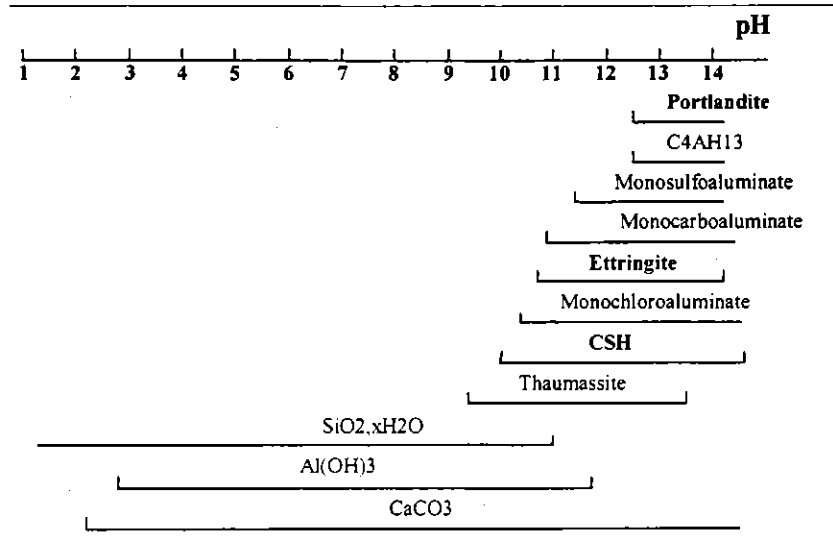


Figure 3. – Schéma montrant la stabilité de quelques hydrates en fonction du pH (tiré de Benzaazoua et Bussière 1999a)

2. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Dans cette section nous décrivons l'échantillonnage ainsi que les paramètres chimiques, physiques, mécaniques et l'ensemble des essais et dispositifs expérimentaux ayant permis de les mesurer au laboratoire.

2.1 ÉCHANTILLONNAGE DES RÉSIDUS MINIERS

Il est bien connu que les résidus miniers sulfureux sont générateurs d'acidité en présence d'eau et d'oxygène. La présence des sulfures dans les remblais cimentés peut entraîner une altération chimique qui aura pour conséquence la chute de la résistance mécanique du remblai cimenté en pâte à long terme. Afin de mieux cerner l'influence de la composition chimique du résidu minier sur la résistance mécanique du remblai en pâte, trois résidus différents, avec des teneurs différentes en sulfures et provenant de trois mines différentes ont été échantillonnés. Ces résidus ont été échantillonnés à la sortie de l'usine de traitement juste avant le malaxage avec le ciment. Afin de travailler dans les mêmes conditions que dans les mines, l'eau de procédé de chaque mine a aussi été échantillonnée pour servir comme eau de gâchage.

2.1.1 Mine LRD

La mine LRD est une mine souterraine produisant de l'or, de l'argent, du cuivre et du zinc. Le minerai extrait est de l'ordre de 776 752 t à 8,2 g/t Au, 24,0 g/t Ag et 0,91 % Cu. La production est de l'ordre de 4 634 kg Au, 9 197 kg Ag et 4 941 t Cu et les réserves sont estimées à 5 400 000 t à 6,0 g/t Au, 21,2 g/t Ag et 0,6 % Cu. C'est une mine qui projette de commencer la fabrication du remblai en pâte pour le printemps de l'an 2000. Le résidu de la mine LRD est cyanuré à la sortie de l'usine de traitement. Mais l'échantillonnage s'est effectué après destruction des cyanures par la méthode SO₂-air. Ce résidu très sulfureux contient environ 32 % de soufre.

2.1.2 Mine LVT

La mine LVT est une mine polymétallique souterraine mise en production à la fin de l'été 1994 et produisant de l'or, de l'argent, du cuivre et du zinc. Le minerai extrait est de l'ordre de 1 600 348 t à 3,6 % Cu, 1,44 % Zn, 28 g/t Ag, 1 g/t Au. La production est de l'ordre de 50 114 t Cu, 15154 t Zn, 945 kg Au et 21 663 kg Ag et les réserves sont estimées à 12 500 000 t à 3,6 % Cu, 1,5 % Zn, 28,9 g/t Ag et 0,84 g/t Au. Cette mine procède par le remblayage depuis plusieurs années, 70% des résidu sont destinés à la fabrication du remblai en pâte. Le résidu de la mine LVT a été échantillonné à la sortie de l'usine de traitement. Ce résidu moyennement sulfureux contient environ 16 % de soufre.

2.1.3 Mine HML

La mine HML est une mine d'or exploitée par excavation souterraine et mise en production depuis 1985. Vers la fin 1988 la mine HML a atteint une production de 3000 tonnes d'or par jours, et pendant l'année 1998 elle a produit environ 366 000 onces d'or. Cette mine procède par le remblayage il y a également plusieurs années. Le résidu de la mine HML a été échantillonné également à la sortie de l'usine de traitement et ne contenait pas de cyanure. Ce résidu moyennement sulfureux contient environ 5 % de soufre.

2.2 MÉTHODE DE FABRICATION DU REMBLAI EN PÂTE EN LABORATOIRE

2.2.1 Principe

Le remblai en pâte est fabriqué en laboratoire en mélangeant du résidu, du liant hydraulique et de l'eau de gâchage; le tout étant malaxé pour obtenir une pâte d'une consistance donnée. Cette consistance est mesurée à l'aide du test d'affaissement au cône d'Abrahms. Le remblai en pâte ainsi obtenu est prêt à être coulé dans des moules cylindriques en plastique. Ces moules présentent une hauteur moyenne de 200 mm et un diamètre moyen de 100 mm (la hauteur est le double du diamètre). Le remplissage des moules se fait par trois coulées de remblai en pâte, chaque coulée étant consolidée par pilonnage à l'aide d'une tige d'acier. Les moulages ainsi fabriqués seront ensuite stockés dans une chambre humide afin de se rapprocher des conditions d'humidité dans les chantiers miniers.

2.2.2 Fabrication des mélanges

Connaissant les paramètres physiques initiaux, il reste à déterminer précisément la masse d'eau nécessaire pour les mélanges avec les proportions de liant et de résidu désirées. Cette masse d'eau permet de calculer le rapport de l'eau et du solide constituant le résidu et le ciment (E/S).

a) Résidu minier

Avant d'effectuer les mélanges, la teneur en eau de la pulpe de résidu doit être déterminée. Cette quantité d'eau correspond à une partie de la quantité d'eau de gâchage requise pour le malaxage.

b) Liants hydrauliques

Divers types de liants hydrauliques sont souvent utilisés comme agents de cimentation du remblai en pâte. Ces liants hydrauliques peuvent être du ciment Portland (type 10 et 50), des cendres volantes, des scories ou de la fumée de silice. Une combinaison de ces liants peut être utilisée. La masse de liant à rajouter au mélange est calculée en pourcentage de la masse totale sèche de résidu à utiliser.

Rapport principal**c) Eau de gâchage**

L'eau de gâchage des mélanges est l'eau de procédé des mines. L'utilisation de cette eau garantit le respect des conditions de fabrication du remblai en pâte dans les usines à remblai des sites miniers. Le calcul de la masse d'eau de gâchage doit prendre en compte la quantité d'eau déjà présente dans la pulpe échantillonnée à la sortie de l'usine de traitement.

d) Malaxage et remplissage des moules

Après avoir mélangé les quantités de résidu, de liant et d'eau de gâchage, le tout est malaxé dans un malaxeur à double spirales jusqu'à obtenir une pâte homogène. Le remblai doit être déposé dans le moule en trois couches de volume approximativement égal. Pour les moules utilisés (100 mm de diamètre), chaque couche est consolidée par 25 coups de pilonnage à l'aide d'une tige à extrémités hémisphériques de 9,5 mm de diamètre. Les coups doivent être uniformément répartis sur toute la section du moule.

La couche inférieure doit être pilonnée sur toute sa hauteur tandis que pour la couche supérieure la tige doit pénétrer jusqu'à environ 13 mm dans la couche sous-jacente. On peut frapper légèrement les parois du moule pour éliminer les vides résiduels créés sous l'effet du pilonnage. Pour éviter l'évaporation, les éprouvettes sont ensuite recouvertes immédiatement avec un couvercle en plastique puis conservés dans une chambre humide pour être curées à différentes dates et serviront pour les différents essais.

e) Conditionnement des moules

Les moules doivent être immédiatement entreposés dans une chambre humide après leur fabrication. En particulier, ils doivent être placés sur des étagères horizontales, rigides, libres de vibrations et autres perturbations. La température dans la chambre humide peut aller de 16°C à 27°C (de 60°F à 80°F).

2.3 DESCRIPTION DES ANALYSES CHIMIQUES ET GÉOCHIMIQUES

Les analyses chimiques et géochimiques sont effectuées sur les résidus, les liants hydrauliques et le remblai en pâte. L'analyse chimique des résidus et des liants à l'état solide se fait par digestion suivie d'une analyse à l'ICP ES (Inductively Coupled Plasma Emission Spectroscopy).

L'analyse géochimique de la solution résiduelle du remblai en pâte dissout permet d'évaluer les paramètres tels que le pH, le potentiel d'oxydoréduction (Eh) et la conductivité électrique (Cde). Cette solution sera ensuite soumise à l'analyse chimique à l'ICP ES pour déterminer les éléments ioniques en présence.

2.3.1 Analyse chimique

Les solutions acidifiées telles que les lixiviats (ou issues d'une digestion) sont analysées à l'ICP ES afin de doser les éléments ioniques en solution. L'ICP ES est un spectromètre d'émission atomique par excitation d'un plasma d'argon induit par une haute fréquence. Le plasma est un gaz partiellement ionisé, globalement neutre à très haute température telle que 7000-8000 K.

L'appareil ICP ES utilise la mesure quantitative de l'émission optique des atomes excités pour déterminer la concentration des éléments ioniques. Les éléments ioniques en solution sont aspirés dans la région d'excitation où ils sont desolubilisés, vaporisés, et pulvérisés par un plasma. Cette source à haute température d'atomisation fournit de l'énergie suffisante pour entraîner les atomes à des niveaux d'énergie élevés. Les atomes redescendent ensuite à des niveaux d'énergie plus bas en émettant de la lumière. Puisque tous les atomes dans un échantillon sont excités simultanément, ils peuvent être détectés simultanément en utilisant un polychrome avec de multiples détecteurs.

Cette méthode permet d'identifier les éléments chimiques tels que le baryum (Ba), le cadmium (Cd), le potassium (K), le sodium (Na), le manganèse (Mn), le soufre (S), les ions sulfates (SO_4^{--}), le calcium (Ca), le silicium (Si), l'aluminium (Al), le magnésium (Mg), le fer (Fe), le cuivre (Cu) et le zinc (Zn). Mais dans ce type d'analyse, la solution résiduelle (eau libre contenue initialement dans l'échantillon) étant diluée par l'eau pure ajoutée, les concentrations obtenues doivent être corrigées par rapport à la teneur en eau initiale de l'échantillon analysée. En effet, c'est cette eau qui remplit toutes les interstices du composite solide.

2.3.2 Analyse géochimique

L'analyse géochimique consiste à mettre en équilibre sous faible agitation et pendant 24 heures, 50 g d'échantillon désagrégé et/ou pulvérisé en présence de 100 ml d'eau pure. L'échantillon est ainsi complètement dissout et il en résulte une solution en équilibre avec l'échantillon. Cette technique est très largement utilisée en pédologie. Après décantation, la solution est filtrée afin de mesurer à l'électrode, les paramètres géochimiques tels que le pH, le potentiel d'oxydoréduction (Eh) et la conductivité électrique (Cde).

Rappelons que le pH renseigne sur l'acidification et éventuellement le pouvoir tampon des minéraux neutralisants, le Eh reflète le potentiel d'oxydoréduction et la conductivité électrique renseigne sur la quantité de métaux en solution. La solution résultante est ensuite acidifiée à l'acide sulfurique afin de subir une analyse chimique.

2.4 DESCRIPTION DES PARAMÈTRES PHYSIQUES ET GÉOTECHNIQUES

Le remblai en pâte peut être considéré comme étant constitué de grains solides baignant dans de l'eau, de l'air ou un ensemble de ces deux fluides. C'est donc dans le cas le plus général un complexe de trois phases : solide, liquide et gaz. Les propriétés physiques du remblai sont décrites par des paramètres dits physiques permettant d'exprimer les rapports de volume, de masse, de poids ainsi que des rapports de masse et de volume. Ces rapports combinent les propriétés gravimétriques et volumétriques du remblai en pâte. La connaissance de l'évolution de ces paramètres permet de mieux comprendre l'évolution des caractéristiques mécaniques du remblai en pâte.

2.4.1 Masse volumique, poids volumique et densité relative

On distingue trois types de masse volumique : la masse volumique totale, apparente ou humide (ρ), la masse volumique sèche (ρ_d) et la masse volumique des grains solides (ρ_s) du remblai. En général, la masse volumique est exprimée en kg/m^3 et parfois en g/cm^3 .

a) Masse volumique totale

Par définition, on appelle masse volumique totale d'un remblai, la masse d'un volume unité de remblai, c'est à dire la somme des masses des grains solides, de l'eau et de l'air que contient ce volume. La masse volumique totale ρ (apparente ou humide) est le rapport de la masse totale M au volume total V du remblai :

$$\rho = \frac{M}{V} \quad (4)$$

Ce paramètre est mesuré en laboratoire par la pesée d'une éprouvette cylindrique de remblai et en calculant son volume connaissant ses dimensions (diamètre et hauteur).

b) Masse volumique sèche

La masse volumique sèche d'un remblai est la masse de la matière sèche (masse des grains) contenue dans l'unité de volume. La masse volumique sèche ρ_d (l'indice d pour dry) est le rapport de la masse sèche M_d des grains solides au volume total V du remblai :

$$\rho_d = \frac{M_d}{V} \quad (5)$$

Ce paramètre est mesuré en laboratoire à partir d'une éprouvette cylindrique de remblai qui a été pesée après 48 heures d'étuvage à environ 50°C , et dont on connaît le volume.

c) Masse volumique des grains solides

La masse volumique des grains solides d'un remblai est la masse de la matière constituant les grains solides contenue dans une unité de volume. La masse volumique des grains solides ρ_s est le rapport de la masse des grains solides M_s au volume des grains V_s du remblai :

$$\rho_s = \frac{M_s}{V_s} \quad (6)$$

Ce paramètre est mesuré en laboratoire soit au pycnomètre à eau, soit au pycnomètre à hélium.

d) Poids volumiques

Dans certains cas, ce sont les poids qui interviennent à la place des masses. Pour les trois types de masses volumiques, on en déduit donc le poids volumique total (γ), le poids volumique sec (γ_d) et le poids volumique de la matière constituant les grains solides (γ_s). Le poids étant obtenu en multipliant la masse par la gravité ($g = 9,81 \text{ m/s}^2$). En général, le poids volumique est exprimé en kN/m^3 .

e) Densité humide, sèche et relative

La notion de densité par rapport à l'eau est également introduite, et l'on parle de densité humide ou de densité sèche.

La densité humide (D_h) est le rapport de la masse volumique totale ρ (ou du poids volumique total γ) du remblai à la masse volumique de l'eau ρ_w (ou du poids volumique de l'eau γ_w). La densité sèche (D_d) est le rapport de la masse volumique sèche ρ_d (ou du poids volumique sec γ_d) du remblai à la masse volumique de l'eau ρ_w (ou du poids volumique de l'eau γ_w). La densité relative (D_r ou $G_s =$ specific gravity) est définie comme le rapport de la masse volumique des grains solides ρ_s (ou du poids volumique de la matière constituant les grains solides γ_s) du remblai à la masse volumique de l'eau ρ_w (ou du poids volumique de l'eau γ_w).

2.4.2 Teneur en eau et degré de saturation

a) Teneur en eau massique et volumique

La teneur en eau massique w (pondérale ou gravimétrique) est le rapport de la masse d'eau libre M_w à la masse de la matière sèche M_d du remblai. La masse d'eau libre M_w est la différence entre la masse de l'échantillon humide M_h et la masse de l'échantillon séché M_d . ($M_w = M_h - M_d$) :

$$w = \frac{M_w}{M_d} = \frac{M_h - M_d}{M_d} \times 100 \quad (7)$$

Cette teneur en eau massique est exprimée en pourcentage. Ce paramètre est facilement mesurable en laboratoire en mettant un échantillon humide de masse M_h à l'étuve à une température de 50°C pendant 48 heures (ou à une température de 105°C pendant 24 heures) jusqu'à ce que sa masse reste constante (masse de l'échantillon séché M_d). Connaissant la teneur en eau massique w , on peut déduire la masse volumique sèche d'un remblai par la relation :

$$\rho_d = \frac{\rho}{1 + w} \quad (8)$$

On définit également la teneur en eau volumique θ comme étant le rapport du volume d'eau libre contenu dans l'échantillon V_w au volume total V de l'échantillon de remblai

$$\theta = \frac{V_w}{V} \quad (9)$$

Ce paramètre peut être facilement mesurable en laboratoire lorsque les dimensions et la densité relative de l'échantillon de remblai sont connues.

b) Degré de saturation

Le degré de saturation S_r indique la quantité d'eau que contient le remblai en pâte. C'est le rapport du volume occupé par l'eau V_w au volume total des vides de l'échantillon V_v :

$$S_r = \frac{V_w}{V_v} \times 100 \quad (10)$$

Ce paramètre peut être exprimé en pourcentage. Lorsque le remblai est sec $S_r = 0$ et lorsque le remblai est saturé (c'est-à-dire que l'eau occupe tous les vides du squelette granulaire) $S_r = 1$ ou 100%. La détermination du degré de saturation en laboratoire nécessite la connaissance de l'indice des vides et de la densité du constituant solide.

2.4.3 Indice des vides et porosité théorique

a) Indice des vides

L'indice des vides e d'un remblai est le rapport du volume des vides V_v au volume des grains solides V_s :

$$e = \frac{V_v}{V_s} \quad (11)$$

Ce paramètre peut être mesurable en laboratoire lorsque les dimensions et la densité relative de l'échantillon de remblai sont connues. Dans ce cas, l'indice des vides e est donné par la relation

$$e = \frac{V \cdot \rho_s}{M_d} \quad (12)$$

avec V le volume total de l'échantillon, M_d la masse de l'échantillon séché et ρ_s la masse volumique des grains solides.

Le degré de saturation S_r peut être exprimé en fonction de la teneur en eau massique w , de l'indice des vides e et de la densité relative D_r par la relation :

$$S_r = \frac{w}{e} D_r \quad (13)$$

b) Porosité

La porosité n est le rapport du volume des vides V_v (c'est-à-dire du volume occupé par l'air, l'eau ou les deux fluides à la fois) au volume total V de l'échantillon de remblai :

$$n = \frac{V_v}{V} \times 100 \quad (14)$$

Ce paramètre est exprimé en pourcentage. Dans le volume unité, les grains solides occupent donc un volume $(1 - n)$ qui s'appelle la compacité. L'indice des vides e fait double emploi avec la porosité n et ils sont reliés par les relations :

$$n = \frac{e}{1 + e} \quad (15)$$

et

$$e = \frac{n}{1 - n} \quad (16)$$

D'autre part, la teneur en eau volumique peut être exprimée en fonction du degré de saturation et de la porosité par la relation :

$$\theta = n \cdot S_r \quad (17)$$

2.4.4 Analyse granulométrique

L'aspect physique des grains solides, leur taille et leur agencement peut influencer les propriétés mécaniques du remblai en pâte. D'autre part, l'origine du résidu et le traitement qu'il a subi affectent la forme des grains, leur taille et leur distribution. La forme et la taille des grains solides

détermine la taille des pores et le réseau de connexion favorable au drainage de l'eau dans le remblai sans oublier l'architecture liée à l'hydratation du liant.

La granulométrie permet de classer différents résidus à partir de la distribution de la taille de leurs grains. Cette distribution montre la variation et la fréquence de la taille des grains et permet de définir la structure du résidu. La présence de grains de différentes tailles dans un résidu influe sur la porosité, la perméabilité, la résistance mécanique et les caractéristiques de transport du remblai en pâte. La distribution de la taille des grains d'un résidu ou d'un remblai peut être obtenue par l'analyse granulométrique par tamisage. Mais pour des matériaux très fins c'est plutôt l'analyse granulométrique par sédimentation qui est adéquate. Depuis ces dernières années, la granulométrie des matériaux à grains moyens et fins est le plus souvent déterminée par l'analyse granulométrique par faisceau laser. Pour cette étude, la granulométrie des résidus étudiés est déterminée par le granulomètre au laser Mastersizer de Malvern®. Le principe de cette méthode repose sur l'optique du laser et simule les grains à des sphères. Mais des modèles correctifs permettent de tenir compte de la forme réelle des grains.

Le résultat de la granulométrie laser est représenté dans repère semi-logarithmique du pourcentage cumulé de passant en fonction de la taille des grains (Figure 4). Cette figure montre qu'un résidu bien classé possède une large gamme de taille des grains (distribution étalée) tandis qu'un résidu mal classé possède une gamme très restreinte de taille des grains (distribution uniforme). L'histogramme permet de visualiser les familles de grains. Par contre, à partir de la courbe de distribution on peut déterminer les paramètres granulométriques comme D_{10} , D_{50} et D_{90} , qui représentent respectivement le diamètre des grains pour lequel on a 10%, 50% et 90% de passant au tamis. La valeur du D_{50} représente le diamètre moyens des grains tandis celle du D_{90} représente le diamètre de l'essentiel des grains constituant le résidu. Pour mieux rendre compte des caractéristiques de la distribution de la taille des grains, des paramètres ont été définis. Il s'agit du coefficient d'uniformité C_u et du coefficient de courbure C_c qui sont donnés par les relations :

$$C_u = \frac{D_{60}}{D_{10}} \quad (18)$$

$$C_c = \frac{(D_{30})^2}{(D_{60} - D_{10})} \quad (19)$$

avec D_{30} et D_{60} , représentent respectivement le diamètre des grains pour lequel on a 30% et 60% de passant au tamis. Selon Das (1983), lorsque $4 \leq C_u \leq 6$ et $1 \leq C_c \leq 3$ on peut dire que le matériau est bien classé.

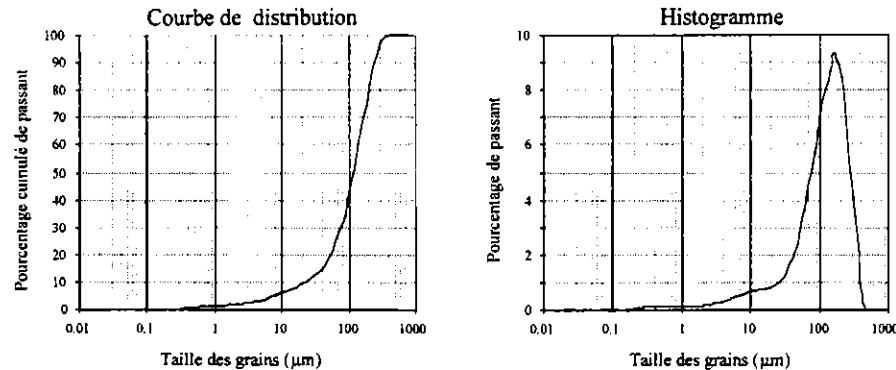


Figure 4. Exemples d'une courbe de distribution et l'histogramme de la taille des grains

2.5 ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE ET DE LA MINÉRALOGIE

La microstructure du remblai en pâte peut être analysée soit par (i) une observation directe au microscope électronique à balayage à de forts grossissements, (ii) une quantification de la surface externe des grains constituant le remblai ou (iii) une quantification de la porosité efficace du remblai. Dans le premier cas on peut également effectuer une analyse minéralogique du remblai à partir des images acquises, par une analyse spectrale en dispersion d'énergie.

Dans le deuxième cas il s'agit en occurrence de la mesure de la surface spécifique à l'aide d'appareillages adéquats. Dans le troisième cas il s'agit de la porosimétrie par injection de mercure.

2.5.1 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le principe du MEB est de bombarder la surface de l'échantillon à observer par un faisceau d'électrons produit en appliquant une haute tension à un filament chaud de tungstène, et en accélérant les électrons émis par un champ électrique élevé, 10-50 kV. L'utilisation du faisceau d'électrons nécessite que l'échantillon soit placé dans une chambre à vide pour l'observation. Les images des électrons qui sont réfléchis et ceux qui sont arrachés à la surface d'un échantillon sont ensuite numérisées lors du balayage. Deux types d'image peuvent être prises à partir des observations au microscope électronique à balayage (HITACHI S-3500-N). Il s'agit des images en électrons rétro-diffusés (BSE = back-scattered electron) et des images en électrons secondaires (SE = secondary electron). À partir des images, on peut déterminer la composition minéralogique du remblai par analyse spectrale en électrons dispersés. La métallisation des échantillons non conducteurs se fait au carbone afin d'éviter les effets de charges surfaciques pouvant entraîner une distorsion du champ magnétique et affecter la qualité des images. Cependant, le HITACHI S-3500-N est un microscope environnemental permettant de réaliser une imagerie de bonne qualité à faible pression sans métallisation préalable et ce en mode BSE.

a) Images en électrons rétro-diffusés (BSE)

Il s'agit d'images prises en mode électrons rétro-diffusés BSE. Les conditions d'analyse sont : une pression de 25 Pa (basse pression), une tension d'accélération des électrons de 20 kV et un

courant de 130 μA environ. Ces images permettent une bonne visualisation du contraste chimique des zones observées. Elles donnent aussi la possibilité d'étudier la microstructure de ces zones.

b) Images en électrons secondaires (SE)

Il s'agit d'images prises en mode électrons secondaires SE. Les conditions d'analyse sont : une pression d'environ 135 Pa (haute pression), une tension d'excitation des électrons de 20 kV et un courant de 130 μA environ. Ces images permettent de mieux distinguer le relief de l'échantillon, de rendre compte de l'organisation des pores et de distinguer les phases microscopiques en haute résolution. La métallisation est nécessaire pour ce mode d'observation.

c) Analyse spectrale en dispersion d'énergie (EDS)

La composition chimique minéralogique de l'échantillon peut également être déterminée au moyen de l'analyse spectrale en dispersion d'énergie (EDS = Energy Dispersive Spectroscopy) directement à partir des images prises au MEB. À partir des éléments chimiques identifiés on peut remonter à la composition minéralogique de l'échantillon. Il s'agit d'une semi-quantification des éléments chimiques à partir de spectres comparés à ceux de standards internes avec l'appareillage de microanalyse aux rayons X de *Link-OXFORD-ISIS-300*. La limite de détection est inférieure à 1% avec un intervalle de confiance de $\pm 0.5\%$. L'oxygène est estimé par stœchiométrie.

2.5.2 Surface spécifique (S_v)

a) Définition

La surface spécifique (S_v) d'un matériau comprend la surface géométrique externe ainsi que la surface interne développée par le solide. Elle tient compte de toutes les irrégularités de surface à l'échelle moléculaire et de la surface développée par les parois des pores, le tout rapporté à l'unité de masse. Ce paramètre est un bon indicateur de la finesse de division du matériau . La surface spécifique est une donnée essentielle des matériaux poreux dans la mesure où elle y conditionne les phénomènes d'adsorption d'eau en particulier. La surface spécifique d'un matériau peut être déterminée par des mesures d'adsorption physique de gaz chimiquement inertes tels que l'azote (l'argon ou le krypton) grâce à la théorie B.E.T. (Brunauer, Emmett et Teller) sur l'adsorption des molécules de gaz formant une couche en l'absence de condensation capillaire.

Cette méthode consiste à relier le volume des molécules adsorbées (adsorbat) à la surface du solide (adsorbant), dans le domaine des faibles pressions relatives P/P_0 ($0,05 < P/P_0 < 0,4$). P étant la pression d'équilibre de gaz et P_0 la pression de vapeur à saturation de l'adsorbat à la température de l'adsorption. En effet, le volume de molécules adsorbées à P/P_0 donné, est proportionnelle à l'étendue de la surface solide exposée à la vapeur (donc à la surface spécifique du solide adsorbant).

La méthode repose essentiellement sur les isothermes d'adsorption. L'isotherme d'adsorption traduit le recouvrement progressif du solide, en commençant par les sites les plus actifs (hétérogénéités superficielles de nature physique et/ou chimique) par une couche de gaz ou de vapeur qui peut s'épaissir progressivement avec l'augmentation de la pression d'équilibre. Cette courbe contient toute l'information thermodynamique microscopique et elle reflète la distribution

des sites d'adsorption ou plus globalement, l'affinité de la surface adsorbante pour les molécules d'adsorbat. Aux très faibles pressions correspondant à de faibles adsorptions, toutes les isothermes tendent vers une droite, c'est à dire que la quantité adsorbée est proportionnelle à la pression.

b) Principe de mesure de la surface spécifique

La surface spécifique est mesurée en laboratoire avec l'appareil analyseur de surface GEMINI de MICROMERITICS®. Il s'agit d'un appareil automatique à volumétrie d'adsorption d'azote permettant l'obtention de l'isotherme complète et donc le calcul de la surface spécifique et de la porosité du matériau. Cet appareil permet l'analyse à "un point" et multipoint de la surface spécifique B.E.T., la surface spécifique de Langmuir, la détermination du volume totale de pore et l'analyse de la microporosité par la méthode t-plot. En outre, il peut mesurer la pression de saturation (P_0) au-dessus de l'échantillon pendant l'analyse.

Description de l'essai

Avant de mesurer la surface spécifique, la prise d'échantillon est préalablement soumise à une combinaison de chaleur, de vide et/ou de gaz circulant pour éliminer les contaminants adsorbés au contact de l'air atmosphérique. L'échantillon solide est alors refroidi, sous vide, habituellement à la température cryogénique ($T = 77 \text{ K}$, soit -196°C).

De l'azote est admis au sein de l'échantillon à des incréments contrôlés. Après chaque dose d'azote, on permet l'équilibre de la pression et la quantité de gaz adsorbée est calculée. Le volume de gaz adsorbé (V_{ads}) à chaque pression (à une température constante donnée) définit une isotherme d'adsorption, à partir de laquelle la quantité de gaz nécessaire pour former une monocouche autour de la surface externe du solide et de ses pores est déterminée. Connaissant l'aire d'encombrement d'une molécule d'adsorbat (A_m), on peut alors calculer la surface spécifique (S_v) du matériau (en m^2/g) par la relation suivante

$$S_v(BET) = \frac{N_A \cdot V_{\text{ads}}}{V_M} A_m \quad (20)$$

avec N_A le nombre d'Avogadro, V_M le volume molaire de l'adsorbat. Le volume de gaz adsorbé V_{ads} est exprimé en unités de volume par gramme de solide. En réalité, la mesure de la surface spécifique d'un matériau revient à comptabiliser les molécules adsorbées, en déterminant analytiquement la quantité de gaz passant de la phase gazeuse à la phase adsorbée.

Mesure de la microporosité

La porosité quantifiée par la méthode B.E.T. correspond à la microporosité. L'ajout continu des molécules de gaz au delà de la formation de la monocouche conduit à l'empilement progressif de couches l'une au-dessus de l'autre (multicouches). La formation des multicouches se produit en parallèle à la condensation capillaire. Le dernier processus est convenablement décrit par l'équation de Kelvin, qui mesure la proportionnalité (ou l'équilibre) entre la pression résiduelle de gaz et la taille des capillaires capables d'y condenser le gaz.

Des méthodes de calcul telles que la méthode B.J.H. (Barrett, Joyner et Halenda) permettent le calcul des tailles de pore à partir des pressions d'équilibre de gaz. On peut donc produire les

courbes expérimentales (ou les isothermes) mettant en relation les volumes de gaz adsorbés V_p avec les pressions relatives de saturation à l'équilibre P/P_0 , et les convertir en distributions cumulatives ou incrémentales des rayons de pore r_p .

2.5.3 Porosimétrie au mercure

a) But de l'essai et grandeurs mesurées

L'essai de porosimétrie au mercure permet de déterminer la porosité volumique totale, la porosité libre et la porosité piégée d'un matériau. La porosité au mercure (porosité ouverte) est mesurée en laboratoire avec le porosimètre à mercure AUTOPORE III de MICROMERITICS®. Cet appareil permet en plus, d'obtenir de nombreuses propriétés de l'échantillon telles que la distribution modale de la taille des pores, le volume total des pores, l'aire totale des pores, le diamètre médian des pores, et les masses volumiques de l'échantillon (totale et des grains solides).

b) Principe et description de l'essai

Le porosimètre à mercure AUTOPORE III caractérise la porosité d'un matériau en appliquant des niveaux croissants de pression à un échantillon immergé dans le mercure. Le mercure par ses propriétés de non mouillabilité ne pénétrera pas spontanément dans les pores par l'action capillaire. De la pression est nécessaire pour forcer le mercure à pénétrer dans les pores de l'échantillon.

Principe de l'essai

La porosimétrie au mercure repose sur les lois de capillarité gouvernant la pénétration d'un liquide dans des pores. Dans le cas d'un liquide non-mouillant comme le mercure et en admettant que les pores sont cylindriques, la loi de Laplace ou l'équation de Washburn (1921) montre que la pression P nécessaire pour faire entrer le mercure dans un pore augmente (inversement) quand le diamètre D (ou le rayon de pore r_p) de l'ouverture de pore devient de plus en plus petit

$$D = -\frac{4 \cdot \sigma \cdot \cos \theta}{P} \quad \text{ou} \quad r_p = -\frac{2 \cdot \sigma \cdot \cos \theta}{P} \quad (21)$$

avec σ la tension superficielle du mercure et θ l'angle de contact entre la surface solide et le mercure (angle de raccordement du ménisque mercure-vapeur de mercure au capillaire). La valeur de la tension superficielle dépend de la pureté du mercure, mais sa valeur la plus utilisée est $\sigma = 480\text{-}485$ dynes/cm et l'angle de contact θ varie environ entre 117° et 145° selon la composition du solide et peut affecter significativement la distribution du réseau poreux. Mais en l'absence d'une information spécifique concernant sa valeur, on recommande de prendre la valeur moyenne $\theta = 130^\circ$.

Description de l'essai

L'essai de porosimétrie consiste à placer l'échantillon à tester dans une bulbe d'un pénétromètre placé à son tour dans un port ou une chambre de pression. L'échantillon peut être solide ou en poudre. Après avoir effectué le vide dans l'échantillon, le mercure est alors injecté dans le pénétromètre et à l'intérieur de l'échantillon à basse pression (1 à 30 psia) pour remplir les macropores, puis à haute pression (30 à 60.000 psia) pour remplir les mesopores. Concrètement,

on applique une pression P d'injection du mercure que l'on augmente de façon incrémentale. On mesure alors le volume cumulé de mercure entrant dans les pores (de plus en plus petits) à chaque incrément. Le volume des vides accessibles est déduit par le volume occupé par le mercure. Connaissant la densité du mercure et la masse de l'échantillon on peut déduire le volume total de l'échantillon et l'équation (21) permet de calculer la porosité totale au mercure.

Afin de déterminer la porosité non piégée, les échantillons ayant subi la première injection de mercure sont conservés dans un dessiccateur pendant 24 heures pour laisser drainer le mercure piégé avant de subir une deuxième injection (porosité libre). La différence entre la porosité totale (1ère injection) et la porosité libre (2ème injection) correspond à la porosité piégée (Figure 5). Le phénomène de piégeage du mercure est attribué à la géométrie (capillarité, irrégularité, tortuosité, etc.) et à la connectivité des pores dans le matériau étudié. La porosité libre est directement reliée à la perméabilité du matériau. La Figure 5a présente les deux courbes d'injection du mercure ou courbes de porosité cumulée. La Figure 5b présente les courbes enveloppes de l'histogramme de distribution de la taille des pores accédés par le mercure (ou courbes de porosité incrémentale ou différentielle). Ces courbes de distribution des diamètres de pore permettent de mettre en évidence les différentes familles de pores lorsqu'il en existe plusieurs.

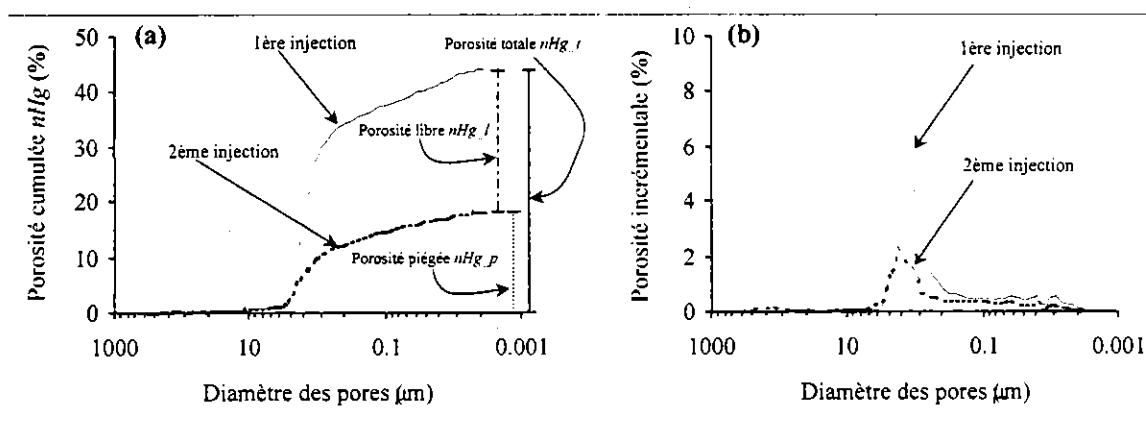


Figure 5. Exemples de courbes de porosimétrie au mercure (deux injections du mercure)

Chaque famille de pore est identifiée par un pic distinct de la courbe de porosité incrémentale. Ainsi, 1 pic correspond à une seule famille de pore, 2 pics correspondent à deux familles de pore etc. Ces familles se distinguent entre elles par la taille moyenne de leurs pores. La porosimétrie au mercure permet de couvrir la gamme des pores de diamètre moyen allant de 360 à 0,003 μm (porosité totale $\geq 1\%$). Il s'agit donc essentiellement de la mesoporosité et de la macroporosité, la microporosité n'étant accessible que par la méthode de volumétrie d'adsorption de gaz (cf. §2.5.2).

Remarques sur l'essai de porosimétrie au mercure

Afin que l'ensemble des pores soit accessible au mercure, l'échantillon doit être préalablement séché pour éliminer l'eau résiduelle. Un séchage insuffisant peut réduire l'accès au réseau poreux (sous-estimation de la porosité) et un séchage poussé peut entraîner des modifications de la microstructure par un resserrement du réseau poreux (collapsus des particules solides) et des microfissures (sous-estimation de la porosité). D'autre part, l'injection du mercure peut engendrer

des contraintes anisotropes entraînant soit un élargissement de certains goulots du réseau poreux, soit une compression du matériau à des pressions hydrostatiques élevées. La porosimétrie au mercure reste néanmoins une technique commode pour étudier des évolutions de structures poreuses et des comparaisons d'ordre qualitatif.

2.6 DESCRIPTION DES ESSAIS MÉCANIQUES

2.6.1 Notion de contrainte et déformation

Les essais mécaniques permettent d'obtenir la résistance du remblai cimenté en pâte et de simuler aussi son état de contrainte lorsqu'il est mis en place dans le site minier. La résistance mécanique est une mesure de la capacité du matériau à résister à la contrainte et à la déformation. La **contrainte** (σ) est définie comme la force P (interne) par unité de surface. L'unité des contraintes est le Pascal. Les contraintes sont habituellement exprimées en kilopascal (kPa) pour les sols et en Megapascals (MPa) pour les roches.

$$\sigma = \frac{\text{Charge } P \text{ (N)}}{\text{Section } A \text{ (m}^2\text{)}} \quad (22)$$

avec A l'aire de la section de l'éprouvette cylindrique en général ($A = \pi D^2/4$) et D le diamètre de l'éprouvette.

La **déformation** (ε) est définie comme la variation de longueur ΔL par unité de longueur. La déformation est adimensionnelle mais peut être exprimée en pourcentage de déformation :

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L_0 - L}{L_0} \quad (23)$$

avec L_0 la longueur initiale de l'échantillon et L sa longueur courante ou finale.

Le **taux de déformation** est la variation de déformation par unité de temps. D'après la loi de Hooke, la contrainte est proportionnelle à la déformation par

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (24)$$

où E , la constante de proportionnalité correspond au module d'élasticité ou module de Young. Le module d'élasticité est à la fois une mesure de la déformation et de la rigidité du matériau. En pratique le module d'élasticité est calculé à partir de la portion linéaire d'une courbe contrainte-déformation. Dans ce cas, le module E est le rapport de la variation de la contrainte $\Delta\sigma$ à la variation de la déformation $\Delta\varepsilon$

$$E = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} \quad (25)$$

Dans le cas des matériaux composites tel que le remblai en pâte, ce module est plutôt appelé "module de déformation" ou module linéaire. Lorsqu'au cours d'un essai la déformation axiale (ε_a) et la déformation latérale ou transversale (ε_t) sont mesurées, on peut alors calculer le coefficient de Poisson μ qui est le rapport de la déformation transversale à la déformation axiale

$$\mu = \frac{-\varepsilon_t}{-\varepsilon_a} = \frac{\varepsilon_3}{\varepsilon_1} \quad \text{avec } 0 < \mu < 0,5 \quad (26)$$

Connaissant le coefficient de Poisson (qui est constante pour un même matériau) on peut alors calculer le module de cisaillement G , beaucoup utilisé en dynamique, qui est relié au module de cisaillement par la relation

$$G = \frac{E}{2(1+\mu)} \quad (27)$$

2.6.2 Caractéristiques de résistance mécanique

Afin de déterminer les caractéristiques de résistance du remblai cimenté en pâte, deux types d'essais mécaniques sont réalisés : les essais de compression uniaxiale et les essais de compression triaxiale (Figure 6). L'essai de compression uniaxiale permet d'obtenir la résistance à la compression du matériau tandis que l'essai de compression triaxiale permet d'obtenir la résistance au cisaillement du matériau. Sur la Figure 6, σ_1 est la contrainte axiale, $(\sigma_1 - \sigma_3)$ est le déviateur (de contraintes) et σ_3 est la contrainte radiale (ou de confinement). La contrainte σ_1 est aussi appelée contrainte principale majeure et σ_3 la contrainte principale mineure (σ_2 étant la contrainte principale intermédiaire). Ces essais sont réalisés à l'aide d'une presse mécanique rigide asservie MTS 10/GL de capacité 50 kN et un taux de chargement minimum de 0,001 mm/mn. La charge appliquée est mesurée par une cellule de pression, le déplacement par un capteur de déplacement à induction. La précision de la mesure de la charge est de l'ordre de 1%. Les éprouvettes d'échantillon soumises à ces essais doivent avoir un élanement $2 \leq \lambda \leq 2,5$. L'élanement λ étant le rapport de la hauteur H de l'éprouvette à son diamètre D ($\lambda = H/D$).

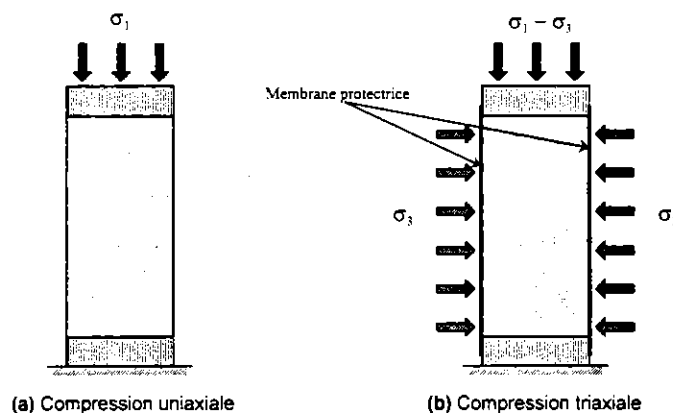


Figure 6. Schématisation des essais de compression uniaxiale et triaxiale

a) Essais de compression uniaxiale

L'essai de compression uniaxiale consiste à placer une éprouvette de remblai entre les deux plateaux de la presse, puis d'appliquer une charge axiale jusqu'à la rupture de l'éprouvette (Figure 6a). La contrainte correspondant à la charge maximale à la rupture est appelée la résistance à la compression uniaxiale du matériau et est notée UCS (Uniaxial Compressive Strength), parfois q_u ou σ_c . La figure 7 représente une courbe type d'un essai de compression uniaxiale d'un remblai cimenté en pâte. Il est à noter que la résistance à la compression uniaxiale, UCS, n'est pas une grandeur intrinsèque du matériau puisqu'elle est influencée par les caractéristiques géométriques des éprouvettes (effet d'échelle) telles que le diamètre, la rectification des faces et l'élanement

ainsi que par les conditions opératoires (vitesse de chargement). Lors des essais UCS réalisés dans le cadre de ce projet, les conditions opératoires ont été gardées le plus uniforme possible. Elle est également influencée par des propriétés physiques telles que la porosité, la géométrie des pores, la texture, la teneur en eau et la température. En général, la valeur de UCS correspond à une valeur moyenne de plusieurs essais (trois au minimum).

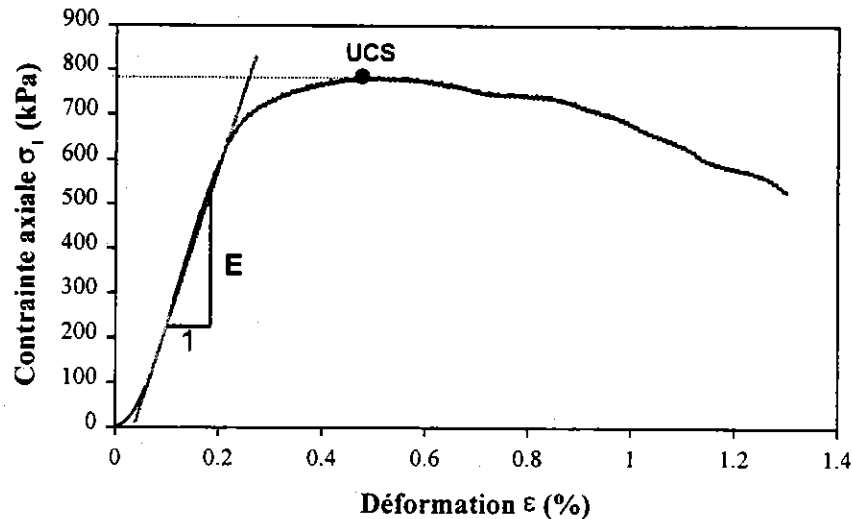


Figure 7. Courbe type d'un essai de compression uniaxiale d'un remblai cimenté en pâte

b) Essais de compression triaxiale

Principe de l'essai

L'essai de compression triaxiale permet de mieux accéder aux propriétés mécaniques des matériaux, car il simule l'état de contraintes *in situ*. Cet type d'essai permet de contrôler et de mesurer la pression interstitielle, d'appliquer une gamme de pression de confinement (isotrope ou anisotrope) pour consolider initialement l'échantillon à un état prédéfini. Les différents types d'essai réalisables sont :

- essai UU (Unconsolidated-undrained) : essai non consolidé non drainé effectué sur matériau saturé ou non
- essai CU (Consolidated-undrained) : essai consolidé non drainé sur matériau saturé ou non
- essai CU+u (Consolidated-undrained) : essai consolidé non drainé sur matériau saturé avec mesure de la pression interstitielle
- essai CD (Consolidated-drained) : essai consolidé drainé sur matériau saturé

Essai non drainé. Si le remblai est saturé et sans possibilité de drainage, un changement de l'état des contraintes ne conduit pas à une variation de volume (essai à volume constant) mais induit une modification de la pression interstitielle.

Essai drainé. Si le drainage est permis, une augmentation des contraintes conduit à une consolidation et éventuellement à une modification de la pression interstitielle. Dans ce cas, la variation de la pression interstitielle est négligeable par rapport à l'accroissement de la contrainte appliquée. Le type d'essai réalisé dans ce projet est l'essai consolidé drainé.

Consolidation

La consolidation d'un matériau résulte en général de la variation des contraintes (effectives) qui lui sont appliquées et se traduit par une variation de volume. La consolidation est isotrope si $\Delta\sigma_1 = \Delta\sigma_3$ et anisotrope si $\Delta\sigma_1 \neq \Delta\sigma_3$. Cette consolidation a pour effet de rétablir et de simuler l'état des contraintes *in situ* avant d'appliquer la charge axiale. Il semble de toute évidence que la consolidation anisotrope donne de meilleurs résultats de la résistance et des données contrainte-déformation.

Cisaillement

Après la consolidation, l'échantillon est ensuite cisailé à une vitesse de chargement constante. Le cisaillement d'une éprouvette de remblai consiste à lui imposer une variation du déviateur ($\sigma_1 - \sigma_3$) jusqu'à la rupture suivant un plan quelconque.

Description de l'essai

L'essai de compression triaxiale est effectué à l'aide d'une cellule triaxiale en acier inoxydable. Le dispositif doit permettre la mesure de la quantité de fluide drainé afin de contrôler la variation volumétrique, et peut également être équipé d'un capteur de pression pour mesurer la pression interstitielle. L'éprouvette est recouverte d'une membrane imperméable avant d'être montée dans la cellule triaxiale. Une fois l'éprouvette montée, la cellule est remplie du liquide de confinement (de l'eau ou de l'huile hydraulique). Ce dispositif est ensuite placé entre les deux plateaux de la presse et branché à l'air afin de consolider l'échantillon à la pression de confinement souhaitée. Lorsque la variation volumétrique de l'échantillon est stable, l'échantillon a été consolidé et on applique une charge déviatorique au piston de la cellule triaxiale pour cisailier l'éprouvette jusqu'à la rupture (Figure 6b). La figure 8 représente des courbes d'essais de compression triaxiale d'un remblai cimenté en pâte à deux confinements différents.

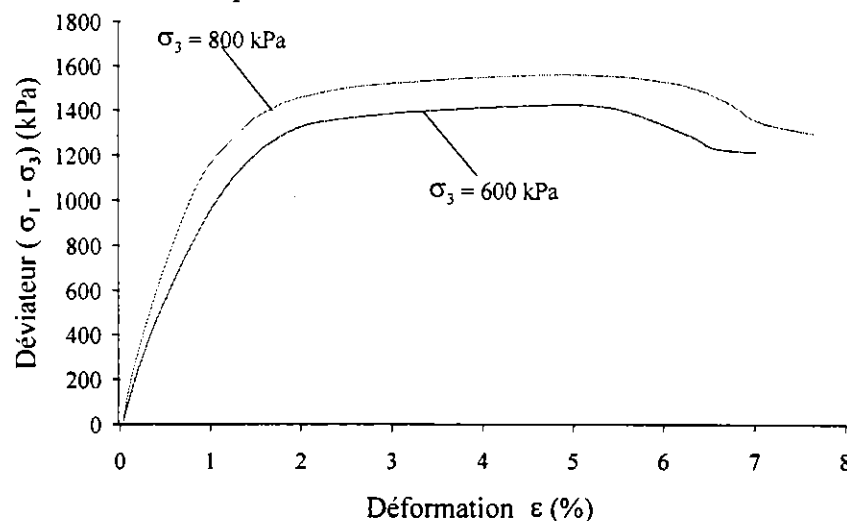


Figure 8. Exemple de courbes d'essais de compression triaxiale d'un remblai cimenté en pâte

Résistance au cisaillement et Critères de ruptures

La détermination des paramètres caractérisant l'état de rupture d'un remblai nécessite la réalisation de plusieurs essais sur différentes éprouvettes de remblai. Les paramètres ne sont significatifs que si les éprouvettes sont homogènes. La résistance au cisaillement τ_f d'une éprouvette est déterminée à la rupture de l'éprouvette et elle correspond soit à la contrainte de

cisaillement à la rupture dans le cas des déformations homogènes par plastification soit à la contrainte tangentielle sur le plan de rupture lors d'une localisation des déformations à la rupture. Cette résistance au cisaillement est définie par le critère de Mohr-Coulomb qui est

$$\tau_f = c + \sigma_n \tan \phi \quad (28)$$

avec c la cohésion, σ_n la contrainte normale et ϕ l'angle de frottement interne. Excepté le cas où l'angle de frottement est nul, le déviateur à la rupture est tel que $(\sigma_1 - \sigma_3)_f > 2\tau_f$.

Les contraintes sur un plan quelconque de rupture, au sein d'une éprouvette soumise à un essai triaxial, incliné d'un angle θ par rapport au plan normal à la contrainte principale majeure (plan principal) sont telles que (Figure 9) :

$$\begin{aligned} \tau &= \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} \sin 2\theta \\ \sigma_n &= \frac{\sigma_1 + \sigma_3}{2} + \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} \cos 2\theta \end{aligned} \quad (29)$$

En effectuant plusieurs essais triaxiaux avec différentes pressions de confinement σ_3 , on obtient à la rupture différentes valeurs de σ_1 permettant de tracer les cercles de Mohr dans le plan de Mohr (τ, σ_n). Chaque cercle de Mohr représente donc un état de contraintes. L'enveloppe de ces cercles (qui est assimilée à une droite) ou courbe intrinsèque est définie par le critère de Mohr-Coulomb et décrit l'état critique du remblai (Figure 10). La droite tangente aux cercles de Mohr permet par conséquent d'obtenir les paramètres c et ϕ du remblai. Sur la Figure 10, chaque cercle a un centre correspondant à $(\sigma_1 + \sigma_3)/2$ et un rayon correspondant à $(\sigma_1 - \sigma_3)/2$.

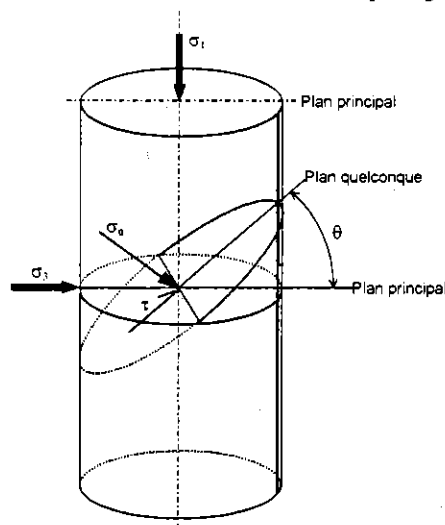


Figure 9. Contraintes sur un plan quelconque au sein d'une éprouvette

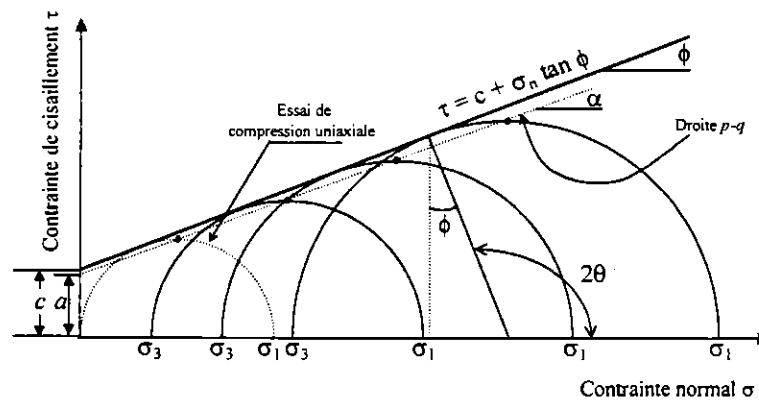


Figure 10. Représentation du critère de Mohr-Coulomb

En pratique, lorsque l'angle θ du plan de rupture est connu, il suffit de calculer τ_f et σ_n à la rupture à l'aide de l'équation (29) pour les différents essais et de les représenter dans le plan de Mohr (au minimum trois points). Une simple régression linéaire permet d'obtenir les paramètres c et ϕ .

Chemin des contraintes

Le chemin des contraintes (effectives ou totales) correspond à la représentation de la succession des états de contraintes lors de la réalisation d'un essai triaxial. Ce chemin est défini par la connaissance des valeurs des contraintes principales majeure σ_1 et mineure σ_3 . Puisque le cercle de Mohr représente un état de contraintes, en cours d'essai il y'a un cercle pour chaque état de contraintes dans l'éprouvette. En pratique on peut utiliser simplement la représentation de Mohr pour obtenir le chemin des contraintes, mais la méthode la plus simple et la plus rapide est la représentation dans le diagramme $p-q$ avec

$$p = \frac{\sigma_1 + \sigma_3}{2} \qquad q = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} \qquad (30)$$

Comme on peut le constater (Figure 10), les points dans le diagramme $p-q$ sont directement reliés aux cercles de Mohr puisque p correspond à leur centre et q à leur rayon (contrainte de cisaillement maximale). On obtient alors une courbe intrinsèque du même type que celle de Mohr-Coulomb (Figure 10) qui est décrite par la relation

$$q = a + p \cdot \tan \alpha \qquad (31)$$

avec a l'intercepte de la droite et α l'angle de la pente de la droite $p-q$.

La correspondance des paramètres de la droite intrinsèque $p-q$ et ceux de Mohr-Coulomb est

$$\begin{cases} \sin \phi = \tan \alpha \\ c = \frac{a}{\cos \phi} \end{cases} \qquad (32)$$

L'équation de la courbe intrinsèque $p-q$ est alors

$$q = c \cdot \cos \phi + p \cdot \sin \phi$$

$$q = c \cdot \cos \phi + \frac{\sigma_1 + \sigma_3}{2} \cdot \sin \phi \quad (33)$$

De cette relation, on peut ainsi obtenir les paramètres c et ϕ en représentant les points expérimentaux (au minimum trois) dans le diagramme p - q et en effectuant une régression linéaire. La cohésion mesure l'attraction entre les grains du remblai (cimentation) tandis que l'angle de frottement mesure la résistance au déplacement relatif des grains dans un remblai.

c) Mode de rupture

La Figure 11 montre qu'une éprouvette de remblai soumise à un essai de compression (uniaxiale ou triaxiale) peut se fracturer soit par (a) fendage verticale, (b) développement d'un plan de cisaillement incliné et (c) développement de fractures conjuguées avec flambage. En terme de mode de rupture, on distingue la rupture fragile, la rupture semi-fragile et la rupture ductile. Les matériaux semi-fragiles ont une réponse globale non linéaire et complexe au chargement appliqué dû à un développement d'une plasticité limitée et des microfissures internes.

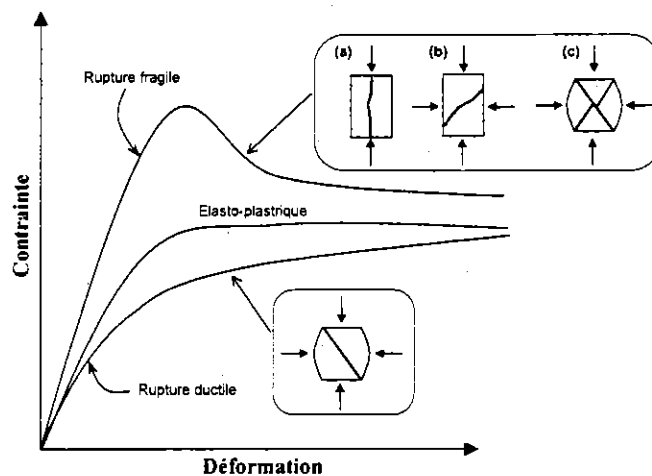


Figure 11. Mode de rupture des éprouvettes de remblai

3. MISE AU POINT DES RECETTES DE MÉLANGE DE REMBLAI

3.1 CARACTÉRISATION DES TROIS RÉSIDUS ÉTUDIÉS

Des caractérisations physique et chimique ont été effectuées sur les trois résidus LRD, LVT et HML afin de déterminer leurs propriétés physiques et chimiques effectives.

3.1.1 Caractérisation physique

La Figure 12 présente les courbes granulométriques des trois résidus étudiés. Cette figure montre que les granulométries des résidus LRD et LVT sont similaires et se distinguent de la granulométrie du résidu HML. En effet, on observe sur la Figure 12 que le résidu HML est plus grossier que les résidus LRD et LVT.

Le Tableau 1 contient les paramètres physiques des trois résidus échantillonnés, à savoir la surface spécifique, la densité relative et les paramètres de granulométrie (issus des courbes de la Figure 12). Ces résultats montrent encore une fois que les résidus LRD et LVT ont une granulométrie très proches tandis que le résidu HML est le plus grossier. D'un point de vue de densité, le résidu LVT se situe entre les deux autres résidus.

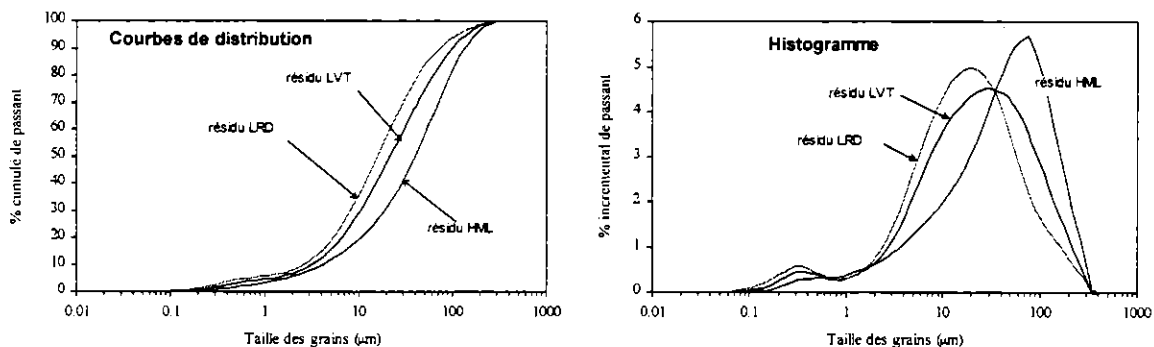


Figure 12. Distribution de la taille des grains des trois résidus étudiés

Les valeurs de surface spécifique montrent que la finesse des grains des résidus LVT et HML est similaire et supérieure à la finesse des grains du résidu LRD; ce qui est en accord avec les valeurs de D_{10} . En effet, plus la valeur de la surface spécifique est élevée et plus le résidu est fin.

Tableau 1. – Caractéristiques physiques des trois résidus étudiés

Résidu minier	Surface spécifique (m ² /g)	Densité relative D_r	D_{10} (µm)	D_{30} (µm)	D_{50} (µm)	D_{60} (µm)	D_{90} (µm)	C_u	C_c
LRD	2,5104	3,8	2,61	8	17,00	11,13	100,36	4,23	7,53
LVT	1,7208	3,3	3,22	10,1	21,62	12	98,79	3,69	11,66
HML	1,6075	2,9	4,15	10,9	40,22	14,5	133,92	3,45	11,53

3.1.2 Caractérisation chimique

Les principaux éléments chimiques des trois résidus (Tableau 2) ont été obtenus par analyse à l'ICP sur les échantillons solides. Ces résultats montrent que le résidu LRD contient 2 fois plus de soufre que le résidu LVT et 6 fois plus que le résidu HML. Le résidu LVT contient 3 fois plus de soufre que le résidu HML.

Tableau 2. – Principaux éléments chimiques dans les résidus étudiés

Résidu minier	S (%)	Ca (%)	Si (%)	Al (%)	Mg (%)	Fe (%)	Cu ppm	Zn ppm
LRD	32,3	1,07	10,12	2,63	0,21	26,8	1870	45600
LVT	15,9	1,44	15,3	4,065	2,695	20,7	1108	1795
HML	5,2	1,17	26,29	5,64	0,57	5,13	30	149

Le Tableau 3 contient la composition chimique des eaux de gâchage utilisées dans les différents mélanges de remblai en pâte. On notera le taux très élevé de sulfates dans le cas de l'eau de LRD qui se trouve légèrement acide tandis que l'eau de LVT est sulfatée.

Tableau 3. – Composition chimique des eaux de gâchage des trois remblais fabriqués

	Eau témoin (robinet)	Eau HML	Eau LRD	Eau LVT
pH	7,53	7,37	5,8	6,65
Ehne (mV)	519,1	459,5	86,7	349
Conductivité (µmohs)	280	3180	8550	2000
Ca ppm	40,4	518	842	387
Fe ppm	0,245	2,96	89,8	0,161
Al ppm	0,114	1,85	0,09	0,168
Na ppm	5,31	191	764	40,2
Si ppm	1,28	9,26	4,57	1,25
Mg ppm	3,66	15,5	21,3	12,1
SO ₄ ²⁻ ppm	87	1944	24444	1303

3.2 LIANTS HYDRAULIQUES UTILISÉS

Le ciment Portland ordinaire (type 10) a été choisi comme ciment de base pour la composition des liants. Des additions de cendres volantes et de laitier de haut fourneau sont effectuées afin de créer différents types de liants. Le terme "liant" désigne ici une association de ciment Portland ordinaire avec soit un autre type de ciment Portland soit des minéraux hydrauliques. En partant du fait que le résidu minier de par sa composition chimique (sulfures notamment) n'est pas un granulat ordinaire comme celui des bétons (Tableau 2), et en tenant compte de tout ce que l'on sait sur l'altérabilité chimique des remblais, quatre types de liant, dont les principaux éléments figurent dans le Tableau 3, ont été créés et sont désignés par CP, FA, CL et SL :

- **CP** : ciment Portland ordinaire (type 10) + ciment Portland résistant aux sulfates (type 50)
- **FA** : ciment Portland ordinaire (type 10) + cendres volantes (Fly ash)
- **CL** : ciment Portland ordinaire (type 10) + laitier de haut fourneau (slag)
- **SL** : laitier de haut fourneau (slag)

Le ciment Portland type 50 diffère du ciment Portland type 10 par sa teneur en Al et Mg qui le rend plus résistant à l'attaque sulfatique. Ces deux ciments Portland ont un faible rapport Si/Ca ($\approx 0,2$) par rapport aux minéraux hydrauliques doté d'un effet pouzzolanique comme le montre le Tableau 4.

Tableau 4. – Principaux éléments chimiques dans les liants hydrauliques utilisés

Liant hydraulique	S (%)	Ca (%)	Si (%)	Al (%)	Mg (%)	Fe (%)	Cu ppm	Fe (%)	Si / Ca
Portland 10	1,53	44,9	8,43	2,41	1,6	1,89	53	1,89	0,18
Portland 50	1,2	45,5	9,34	1,99	0,93	2,65	43	2,65	0,20
Fly ash	1,46	11,1	15,22	10,4	2,27	5,39	171	5,39	1,30
Slag	1,21	26,6	16,89	3,88	6,87	0,482	14	0,482	0,63

3.3 RECETTES DE MÉLANGE

3.3.1 Nombre de recettes de mélange

Une recette de mélange de remblai cimenté comprend le type de liant, le type de résidu (teneur en sulfures) et la proportion du liant (en pourcentage de la masse de résidu utilisée et noté %wt). Le Tableau 5 contient les proportions des composants des quatre types de liant définis ci-dessus.

Tableau 5. – Composition des liants utilisés

Nom du liant	Composition
CP	50% de ciment Portland ordinaire (type 10) 50% de ciment Portland résistant aux sulfates (type 50)
FA	50% de ciment Portland ordinaire (type 10) 50% de cendres volantes ou Fly Ash
CL	20% de ciment Portland ordinaire (type 10) 80 % de laitier ou slag
SL	100% de laitier ou slag

Pour chaque type de liant (CP, FA, CL, SL), trois pourcentages ont été retenus à savoir 3%wt, 4,5%wt et 6%wt de liant. Le choix de ces pourcentage a été essentiellement guidé par des contraintes d'ordre économique. En effet, les opérateurs miniers sont capables de supporter les coûts de fabrication du remblai cimenté avec jusqu'à 6% de liant en pourcentage de la masse totale de résidu à utiliser (à raison de 1\$ par tonne de résidu minier; ce qui est utilisé dans les bouchons). En fixant à 3% le pourcentage minimal de liant acceptable, cette gamme de pourcentage (3-6%) permet d'optimiser les recettes afin d'atteindre l'objectif de produire un remblai cimenté en pâte efficace et sécuritaire, et à moindre coût. La slag et les cendres volantes nous ont été fournies gracieusement par des partenaires miniers de la région. Le nombre de liants et les pourcentages choisis nous permettent de créer 12 recettes de remblai avec chaque type de résidu, c'est-à-dire 4 recettes pour chaque pourcentage de liant. Dû à des problèmes de temps de livraison, seulement 9 recettes ont été créées avec le résidu HML (Tableau 6). Soit un total de 33 recettes de mélange avec les trois résidus étudiés.

Tableau 6. – Recettes de mélange pour les trois résidus étudiés

Résidu minier	Nombre de recettes	Liants (3%, 4,5%, 6%)			
		CP	FA	CL	SL
LRD	12	x	x	x	x
LVT	12	x	x	x	x
HML	9	x	x	x	

3.3.2 Calcul des mélanges

Le remblai étant un mélange de résidu, de liant et d'eau de gâchage, la phase solide (PS) est constituée du résidu et du liant. Par conséquent, pour 100% de solides il y'a

- 97% de résidu à 3%wt de liant,
- 95,5% de résidu à 4,5%wt de liant et
- 94% de résidu à 6%wt de liant.

En principe la masse d'eau de gâchage est calculée de sorte que le mélange final (pâte fraîche de remblai) ait une consistance correspondant à l'affaissement voulu (valeur du slump). Cette pâte de remblai doit répondre aux propriétés rhéologiques des pipelines et du système de pompage de l'usine à remblai de la mine. Plutôt que de faire les mélanges sur la base de la valeur de l'affaissement, nous avons travaillé sur la base du pourcentage de solides (%PS) et de la teneur en eau de mise en place du remblai en pâte (w_0). Cette procédure nous permet de comparer aisément les différents résultats des différents remblais.

La masse d'eau de gâchage a été calculée en se basant sur la valeur moyenne du pourcentage solide du mélange final couramment utilisée pour les remblais en pâte dans les mines souterraines du Nord-Ouest Québécois et de l'Ontario et qui est d'environ 78%. Ce qui correspond à une teneur en eau de mise en place de 28%. Même si aucun test d'affaissement au cône d'Abrahms n'a été effectué, ce pourcentage solide permet d'obtenir un remblai en pâte suffisamment liquide pour être pompé sous-terre. Sachant que chaque résidu présente des caractéristiques physiques propres (Tableau 1), force est de constater que cette façon de procéder ne permet cependant pas de déterminer la valeur optimale du slump propre au résidu utilisé.

Mis à part l'importance du rôle des sulfures dans les résidus, la densité relative et la granulométrie jouent un rôle primordiale dans la fabrication du remblai. Pour preuve, les données du Tableau 1 montre que les résidus LRD et LVT ont une granulométrie et une densité relative proches tandis que le résidu HML est le plus grossier et le moins dense. Par conséquent, en calculant le mélange sur une base de 78%PS de solides massique, on aura à peu près le même volume de solide (résidu + liant) dans les mélanges finaux avec les résidus LRD et LVT (densités relatives proches). Mais pour le résidu HML qui est moins dense, à 78%PS on aura un volume de solide plus important dans le mélange final (remblai trop visqueux).

Pour avoir un mélange final contenant le même volume de solides avec le résidu HML qu'avec celui des résidus LRD et LVT, le calcul nous a donné un pourcentage solide massique équivalent de 73,5%PS. Des exemples de fiches de calcul des mélanges pour chaque type de liant sont présentés en annexe A. Le calcul en volume reste définitivement le plus approprié pour la fabrication des mélanges de remblai en pâte.

3.3.3 Malaxage et coulage des moules

Pour chaque recette, les quantités de résidu, de liant et d'eau de gâchage ont été mélangées et malaxées dans un malaxeur à double spirales (pendant 45 mn environ) jusqu'à obtenir une pâte homogène. L'eau de gâchage utilisée était l'eau de procédé de la mine sauf pour le résidu HML (très peu sulfureux) où c'était l'eau courante du robinet. Les éprouvettes ont été fabriquées selon la méthodologie décrite au §2.2. Pour chaque recette, 21 éprouvettes ont été fabriquées avec le résidu LRD, 17 avec le résidu LVT et 17 avec le résidu HML (Tableau 7). Soit un total de 609 éprouvettes. Dans la suite de ce document, ces remblais seront désignés par remblai LRD, remblai LVT et remblai HML.

Tableau 7. – Nombre d'éprouvettes de remblai confectionnées

Résidu minier	Nombre de recettes	Nombre d'éprouvettes par recette	Nombre total d'éprouvettes
LRD	12	21	252
LVT	12	17	204
HML	9	17	153

3.3.4 Nomenclature des échantillons

Afin d'identifier chacune des 609 éprouvettes fabriquées, chaque échantillon est désigné par rapport aux types de résidu et de liant ainsi que du pourcentage de liant dans le remblai. Par exemple, l'échantillon de remblai fabriqué avec le résidu HML avec le liant CP à 3%wt de la masse totale de résidu utilisé sera désigné par CP@3% (Tableau 8). Les échantillons sont numérotés de 1 jusqu'au nombre total d'éprouvettes fabriquées pour chaque recette.

Tableau 8. – Nomenclature des échantillons

% liant	Type de liant			
	CP	FA	CL	SL
3	CP@3%	FA@3%	CL@3%	SL@3%
4,5	CP@4,5%	FA@4,5%	CL@4,5%	SL@4,5%
6	CP@6%	FA@6%	CL@6%	SL@6%

3.3.5 Durée de cure

Les éprouvettes ainsi confectionnées ont ensuite été entreposées dans une chambre à humidité contrôlée pour être curées à différentes dates. En effet, il est bien connu que la durée de cure a une influence majeure sur les phénomènes d'hydratation dans les remblais cimentés en pâte. Ces phénomènes concernent également l'évolution de la géochimie du remblai minier cimenté due à la réactivité des sulfures (pyrite essentiellement) et des minéraux neutralisants (carbonates et silicates du résidu et hydrates du ciment). Dans cette optique, quatre durées de cure ont été retenues : **14, 28, 56 et 91** jours. À chaque durée de cure, un certain nombre d'échantillons est soumis aux essais de compression uniaxiale et triaxiale, à la caractérisation physique et aux analyses chimiques et géochimiques. Pour ces deux dernières analyses, une pâte fraîche dans laquelle le ciment n'a pas eu le temps de s'hydrater a été utilisée comme référence pour la durée de cure initiale (0 jour).

4. RÉSULTATS DES ANALYSES CHIMIQUES ET GÉOCHIMIQUES

Les analyses géochimiques en solution nous ont permis d'identifier et de suivre les évolutions des éléments chimiques tels que le K, Na, Mn, S, SO_4^{2-} , Ca, Si, Al, Mg, Fe, Cu, Zn :

- Le **calcium** (Ca) va renseigner sur la dissolution des hydrates calciques essentiellement; une faible quantité pouvant provenir de la dissolution des carbonates peut être décelée mais sera négligeable.
- Les **sulfates** (SO_4^{2-}) ainsi que le **fer** (Fe) renseignent sur l'oxydation des sulfures. Il faut noter que le fer dans les conditions d'alcalinité précipite sous forme d'oxy-hydroxydes.
- L'**aluminium** (Al), le **magnésium** (Mg) et la **silice** (Si) dissous vont renseigner sur la dissolution des hydrates ainsi que les silicates solubles du résidu (contribution négligeable).

Ces analyses ont été effectuées à 0, 14, 28 et 56 jours de cure, sur les trois remblais fabriqués (LRD, LVT, HML), afin de suivre la vitesse d'évolution (cinétique) des paramètres géochimiques et son impact sur la microstructure et l'organisation de la matrice du remblai. Pour chacun des trois remblais étudiés, les résultats sont présentés d'une part, en terme d'évolution des paramètres tels que le pH, le Eh et la conductivité électrique (charge des ions en solution) et d'autre part, en terme d'évolution des éléments chimiques tels que Ca, SO_4^{2-} , Fe, Al, Si et Mg. Tous ces résultats sont présentés sous forme de tableaux (Tableau 9 à 29) dans le corps du texte et sous forme de graphiques présentés en annexes (Annexes B, C, D et E). L'évolution de l'ensemble des paramètres mesurés peut être regardée sous trois angles (ou peut être représentée en trois dimensions) :

1. le type de liant (CP, FA, SL, CL) en fonction à la fois de la durée de cure (0, 14, 28 ou 56 jours) et du pourcentage de liant (3%wt, 4,5%wt ou 6%wt),
2. la durée de cure en fonction à la fois du type de liant et du pourcentage de liant,
3. le pourcentage de liant en fonction à la fois du type de liant et de la durée de cure.

4.1 REMBLAI LRD

4.1.1 Évolution du pH, Eh et de la conductivité du remblai LRD

Le Tableau 9 présente les résultats de l'analyse géochimique des solutions du remblai LRD, ayant conduit à la mesure du pH, du Eh et de la conductivité électrique. On peut signaler que ces évolutions se dégagent de façon générale car certaines exceptions apparaissent et peuvent s'expliquer par l'échantillonnage (hétérogénéité) et les erreurs de mesure. Sauf pour le ciment au laitier CL, les mesures n'ont pu être effectuées qu'après 14 jours de cure pour les remblais avec les liants SL, CP et FA. Ces résultats montrent que :

- **Pour un même pourcentage de liant** : le pH a tendance à baisser avec le temps et ce pour tous les types de liants. Ceci explique une production d'acide dû à l'oxydation des sulfures. Le Eh a tendance par contre à augmenter avec le temps et ce pour tous les liants, confirmant ainsi l'oxydation des sulfures. Les conductivités sont très élevées et diminuent avec l'âge pour les liants SL et FA, mais ont tendance à augmenter avec l'âge pour les liants CP et CL.

- **Pour un même type de liant** : le pH a tendance à augmenter légèrement avec l'augmentation du pourcentage de liant à 0, 14, 28 et 56 jours de cure. D'autre part, le pH diminue avec l'âge pour chaque pourcentage de liant. Le Eh a tendance par contre à diminuer avec l'augmentation du pourcentage de liant et au cours du temps. Mais le Eh augmente avec l'âge pour chaque pourcentage de liant. La conductivité augmente également avec l'augmentation du pourcentage de liant à 0, 14, 28 et 56 jours.

Tableau 9 – Résultats de l'analyse géochimique à l'électrode du remblai LRD

Nom liant	Nom échantillon	pH				Eh				Conductivité électrique			
		0 j	14 j	28 j	56 j	0 j	14 j	28 j	56 j	0 j	14 j	28 j	56 j
SL	SL@3%	8,67	na	6,67	8,05	367,5	0	355,4	398,9	3560	na	3670	3350
	SL@4,5%	8,93	na	6,84	8,49	354,6	0	341,1	392,6	3640	na	3690	3590
	SL@6%	9,18	na	6,82	8,66	345,5	0	334,7	389,6	3630	na	3830	3520
CP	CP@3%	11,53	na	10,92	9,6	274,3	0	233,2	392,4	4300	na	3610	2110
	CP@4,5%	11,62	na	11,18	9,93	272,6	0	235,6	360,2	4470	na	2720	4560
	CP@6%	11,69	na	9,98	9,59	272	0	288,1	358,6	4690	na	4320	5160
FA	FA@3%	11,33	na	9,46	9,89	277,3	0	314,1	340,2	4150	na	3570	2120
	FA@4,5%	11,45	na	9,92	10,48	275,1	0	305,7	319	4410	na	2420	2460
	FA@6%	11,52	na	10,01	10,74	274,8	0	306,1	302,5	4650	na	2730	2760
CL	CL@3%	10,82	8,48	10,28	10,01	297,2	331,1	344,1	360,4	3720	3690	3680	4050
	CL@4,5%	11,12	10,06	10,63	9,88	283,9	305,8	318	343,1	3890	3770	3770	4050
	CL@6%	11,22	10,63	10,89	9,4	278,3	274,4	292,6	358,6	4000	3790	3680	3920

na = non analysé

4.1.2 Évolution des éléments chimiques dans le remblai LRD

a) Calcium (Ca)

Le Tableau 10 montre qu'à un âge jeune (pâte fraîche), la quantité de calcium ne varie pas avec l'augmentation du pourcentage de liant, et ce pour les quatre types de liants utilisés. Cependant à des âges plus avancés les différents ciments se comportent différemment :

- le ciment laitier SL : globalement la quantité de Ca a tendance à augmenter dans le temps quelque soit le pourcentage de liant jusqu'à 28 jours puis diminue après cette date. Pour une même date de cure, le Ca dissout augmente avec le pourcentage de ciment.
- le ciment Portland CP : globalement la quantité de Ca a tendance à augmenter dans le temps avec le pourcentage de liant.
- le ciment aux cendres volantes FA : libère moins de Ca avec le vieillissement, quelque soit le pourcentage de liant. Après chaque durée de cure, le Ca libéré diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant.
- le ciment au laitier CL : la quantité de Ca dissout augmente relativement jusqu'à 28 jours de cure, puis diminue après 56 jours de cure. Dans la pâte fraîche, la quantité de Ca dissout augmente légèrement avec le pourcentage de liant, tandis qu'après 28 jours de cure cette quantité diminue légèrement. Après 14 et 56 jours, cette quantité est plus importante à 4,5%wt qu'à 3 et 6%wt.

Tableau 10 – Évolution du calcium Ca dans le remblai LRD avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Calcium Ca (mg/L)			
			0 jour	14 jours	28 jours	56 jours
SL	SL@3%	3	609	0	793	624
	SL@4,5%	4,5	608	0	792	641
	SL@6%	6	610	0	819	657
CP	CP@3%	3	717	0	734	389
	CP@4,5%	4,5	716	0	335	948
	CP@6%	6	716	0	850	1120
FA	FA@3%	3	679	0	674	249
	FA@4,5%	4,5	668	0	258	151
	FA@6%	6	662	0	225	146
CL	CL@3%	3	683	792	801	760
	CL@4,5%	4,5	699	804	797	786
	CL@6%	6	708	780	787	772

b) Sulfate (SO_4^{2-})

Le Tableau 11 montre qu'à 0 jour (pâte fraîche), la quantité de sulfate diminue avec le pourcentage de liant, pour les liants CP et FA, mais augmente pour les liants à base de scories SL et CL. À des âges plus avancés :

- pour le ciment laitier SL, la quantité de sulfate dissout a tendance à augmenter dans le temps jusqu'à 28 jours puis diminue après cette date. Par ailleurs la quantité de sulfate augmente avec le pourcentage de liant.
- pour le ciment Portland CP, la quantité de sulfate augmente également avec l'âge sauf à 3%wt. D'autre part, mis à part la pâte fraîche (0 jour), les sulfates augmentent en solution avec le pourcentage de liant.
- pour le ciment aux cendres volantes FA, les sulfates diminuent sensiblement avec le temps et pour les trois pourcentages de liant jusqu'à 28 jours, puis augmentent à nouveau après cette date.
- pour le ciment au laitier CL; la quantité de sulfate dans la pâte fraîche augmente avec le pourcentage de liant et cette tendance est encore observée après 14 jours de cure.

Tableau 11 – Évolution du sulfate SO_4^{2-} dans le remblai LRD avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Sulfate SO_4^{2-} (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
SL	SL@3%	3	2926,7	0	4253,8	3115,4
	SL@4,5%	4,5	3175,3	0	5482,0	3654,6
	SL@6%	6	3684,6	0	5841,4	4433,5
CP	CP@3%	3	8417,6	0	7309,3	4193,8
	CP@4,5%	4,5	7608,8	0	7938,3	11113,7
	CP@6%	6	7698,7	0	10574,5	12761,3
FA	FA@3%	3	8417,6	0	5811,5	4313,7
	FA@4,5%	4,5	8267,9	0	5302,2	7219,4
	FA@6%	6	8267,9	0	5092,5	9016,8
CL	CL@3%	3	7968,3	5122,5	9436,1	7608,8
	CL@4,5%	4,5	8597,4	8207,9	10574,5	7818,5
	CL@6%	6	8867,0	9585,9	10304,9	5871,4

c) Fer (Fe)

Le Tableau 12 montre globalement qu'il y'a très peu de fer dans la pâte de remblai. Les évolutions observées sont très peu significatives. En effet, le fer passe très peu en solution parce qu'il précipite sur place sous forme d'oxy-hydroxyde de fer.

Tableau 12 – Évolution du fer Fe dans le remblai LRD avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Fer, Fe (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
SL	SL@3%	3	0,069	0	0,158	0,046
	SL@4,5%	4,5	0,06	0	0,102	0,155
	SL@6%	6	0,087	0	0,109	0,073
CP	CP@3%	3	0,088	0	0,402	0,064
	CP@4,5%	4,5	0,104	0	0,093	0,077
	CP@6%	6	0,113	0	0,433	0,114
FA	FA@3%	3	0,077	0	< 0,1	0,088
	FA@4,5%	4,5	0,067	0	0,397	0,069
	FA@6%	6	0,063	0	< 0,1	0,071
CL	CL@3%	3	0,065	0,055	0,188	0,124
	CL@4,5%	4,5	0,054	0,055	0,145	0,148
	CL@6%	6	0,066	0,068	0,136	0,143

d) Aluminium (Al)

Le Tableau 13 montre globalement qu'il y'a très peu d'aluminium dans la pâte de remblai et cette quantité ne dépend pas du pourcentage de liant. On note que Al diminue globalement avec la durée de cure sauf pour le liant à base de cendres volantes FA où Al augmente. D'autre part, Al ne varie pas en fonction du pourcentage de liant dans le cas de SL, diminue quand le pourcentage du liant CP augmente, augmente quand le pourcentage du liant FA augmente et enfin augmente quand le pourcentage du liant CL augmente sauf à 56 jours où il semble diminuer en fonction du pourcentage du liant CL.

Tableau 13 – Évolution de l'aluminium Al dans le remblai LRD avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Aluminium Al (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
SL	SL@3%	3	0,063	0	0,043	0,005
	SL@4,5%	4,5	0,061	0	0,042	0,002
	SL@6%	6	0,062	0	0,043	0,002
CP	CP@3%	3	0,54	0	0,189	0,157
	CP@4,5%	4,5	0,319	0	0,29	0,109
	CP@6%	6	0,25	0	0,08	0,061
FA	FA@3%	3	1,79	0	0,675	1,36
	FA@4,5%	4,5	1,4	0	1,59	4,08
	FA@6%	6	1,14	0	2,68	5,8
CL	CL@3%	3	0,643	0,057	0,364	0,36
	CL@4,5%	4,5	1,01	0,23	0,528	0,183
	CL@6%	6	1,17	0,395	0,515	0,046

e) Silicium (Si)

Le Tableau 14 montre globalement qu'il y'a très peu de silicium dans la pâte de remblai et cette quantité ne dépend pas du pourcentage de liant mais de la durée de cure. On observe une légère diminution de Si à 28 jours de cure, puis une augmentation au-delà de cette date.

Tableau 14 – Évolution du silicium Si dans le remblai LRD avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Silicium Si (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
SL	SL@3%	3	1,19	0	0,719	4,23
	SL@4,5%	4,5	1,15	0	0,76	4,05
	SL@6%	6	1,16	0	0,767	3,6
CP	CP@3%	3	1,03	0	0,631	0,51
	CP@4,5%	4,5	1,21	0	0,849	0,575
	CP@6%	6	1,25	0	0,643	0,645
FA	FA@3%	3	0,795	0	0,611	0,553
	FA@4,5%	4,5	0,923	0	0,587	0,77
	FA@6%	6	1,08	0	0,654	0,984
CL	CL@3%	3	0,674	0,343	0,206	0,596
	CL@4,5%	4,5	0,712	0,188	0,148	0,583
	CL@6%	6	0,736	0,106	0,042	0,66

f) Magnésium (Mg)

Le Tableau 15 montre que la quantité de Mg reste globalement faible dans la pâte de remblai. Le magnésium semble être stable ou en légère baisse jusqu'à 28 jours de cure. Après 56 jours de cure on note des augmentations de Mg en solution sauf dans le cas du FA.

Tableau 15 – Évolution du magnésium Mg dans le remblai LRD avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Magnésium Mg (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
SL	SL@3%	3	23,9	0	5,81	67
	SL@4,5%	4,5	27,9	0	4,58	77,3
	SL@6%	6	30,3	0	4,47	71,5
CP	CP@3%	3	< 0,1	0	< 0,1	1,03
	CP@4,5%	4,5	< 0,1	0	< 0,1	0,545
	CP@6%	6	< 0,1	0	0,307	0,513
FA	FA@3%	3	< 0,1	0	0,122	< 0,1
	FA@4,5%	4,5	< 0,1	0	< 0,1	< 0,1
	FA@6%	6	< 0,1	0	< 0,1	< 0,1
CL	CL@3%	3	0,207	3,65	0,109	0,229
	CL@4,5%	4,5	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,568
	CL@6%	6	< 0,1	< 0,1	< 0,1	3,68

4.2 REMBLAI LVT

4.2.1 Évolution du pH, Eh et de la conductivité du remblai LVT

Le Tableau 16 présente les résultats de l'analyse géochimique des solutions du remblai LRD, ayant conduit à la mesure du pH, du Eh et de la conductivité électrique. Ces résultats montrent que :

- **Pour un même pourcentage de liant**, le pH a tendance à baisser avec le temps et ce pour tous les types de liant (production d'acide dû à l'oxydation des sulfures). Le Eh a tendance globalement à augmenter avec le temps et ce pour tous les liants (oxydation des sulfures). Les conductivités sont très élevées et augmentent avec l'âge pour les liants SL, CL, CP et FA.
- **Pour un même type de liant**, le pH augmente globalement avec le pourcentage de liant et ce, pour tous les quatre types de liant. D'autre part, quelque soit le pourcentage et le type de liant, le pH diminue avec l'âge. Pour les liants FA, CL et SL le Eh ne dépend pas du pourcentage de liant mais pour le liant CP, Eh a tendance à diminuer avec l'augmentation du pourcentage de liant et au cours du temps. La conductivité est beaucoup plus sensible au pourcentage de liant avec lequel elle augmente avec l'âge pour les liants SL et CL, mais a tendance à diminuer après 14 jours de cure avant d'augmenter avec l'âge pour le liant FA et CP.

Tableau 16 – Résultats de l'analyse géochimique à l'électrode du remblai LVT

Nom liant	Nom échantillon	pH				Eh				Conductivité électrique			
		0 j	14 j	28 j	56 j	0 j	14 j	28 j	56 j	0 j	14 j	28 j	56 j
FA	FA@3%	11,94	9,8	8,95	7,59	334,9	289	326,1	390	3430	2170	2460	3540
	FA@4,5%	12,06	10,48	8,99	8,65	323,8	274	330,8	360	3680	2260	3030	3250
	FA@6%	12,1	10,71	9,68	7,2	318,4	266	315,2	382,4	4400	2660	3020	5140
CP	CP@3%	12,11	8,57	9,98	8,84	312	337,2	339,7	364,4	4140	4000	1720	2200
	CP@4,5%	12,17	9,23	11,24	8,56	307,7	316,9	284,8	365,7	4730	4670	1740	3850
	CP@6%	12,16	10,3	11,71	9,08	307,1	285,2	249,4	368,4	4770	4610	1720	4010
SL	SL@3%	9,93	8,64	9,83	7,67	338,5	351,5	341,8	378,2	980	2340	3100	2560
	SL@4,5%	10,04	8,56	9,62	9,06	337,4	341,9	344	365,5	990	3000	3290	2020
	SL@6%	10,2	8,97	11,19	8,85	334,5	329,5	289,1	346,7	980	3630	1160	3170
CL	CL@3%	11,37	6,24	8,47	7,75	320,7	380,8	378,6	556,8	1530	4350	3550	4650
	CL@4,5%	11,69	10,28	8,4	8,2	315,3	296,2	369,7	511,1	2010	3640	4170	4450
	CL@6%	11,86	10,5	9,35	8,51	309,4	288	354,8	484,6	2680	3020	3980	4010

4.2.2 Évolution des éléments chimiques dans le remblai LVT

a) Calcium (Ca)

Le Tableau 17 montre que dans la pâte fraîche la quantité de calcium varie peu pour le liant SL, moyennement pour les liants FA et CL et significativement pour le liant CP avec l'augmentation du pourcentage de liant. Pour chaque type de liant on observe que pour :

- le ciment laitier FA, la quantité de Ca dissoute dans la pâte fraîche est indépendante du pourcentage de liant. Cette quantité initiale de Ca diminue après 14 jours de cure avant d'augmenter continuellement avec l'âge.
- le ciment Portland CP, la quantité initiale de Ca ne dépend pas du pourcentage de liant et elle augmente beaucoup après 14 jours de cure, puis chute après 28 jours de cure avant d'augmenter à nouveau après 56 jours de cure.

Rapport principal

- le ciment aux cendres volantes SL, la quantité initiale de Ca est indépendante du pourcentage de liant. Mais après 14 jours de cure elle augmente proportionnellement au pourcentage de liant avant de chuter légèrement après 56 jours de cure.
- le ciment au laitier CL : la quantité de Ca semble diminuer avec le pourcentage de liant, mais après 14 jours de cure la quantité de Ca augmente progressivement avec l'âge.

Tableau 17 – Évolution du calcium Ca dans le remblai LVT avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Calcium Ca (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
FA	FA@3%	3	433	291	321	455
	FA@4,5%	4,5	469	168	336	436
	FA@6%	6	442	132	266	860
CP	CP@3%	3	475	929	268	405
	CP@4,5%	4,5	540	1130	232	857
	CP@6%	6	533	1080	128	888
SL	SL@3%	3	170	349	631	494
	SL@4,5%	4,5	173	535	692	359
	SL@6%	6	175	708	112	649
CL	CL@3%	3	251	912	754	1010
	CL@4,5%	4,5	280	793	932	965
	CL@6%	6	353	600	911	843

b) Sulfate (SO₄²⁻)

Le Tableau 18 montre que la quantité de sulfate dans la pâte fraîche varie en fonction du pourcentage de liant. Pour chaque type de liant on observe que pour :

- le ciment laitier FA, la quantité de sulfate dissoute dans la pâte fraîche est proportionnelle au pourcentage de liant, c'est-à-dire que SO₄²⁻ diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant. Après 14 jours de cure, la quantité de SO₄²⁻ augmente beaucoup avant de baisser après 28 jours de cure. Après 56 jours de cure, la quantité de SO₄²⁻ augmente quand le pourcentage de liant augmente.
- le ciment Portland CP, la quantité de SO₄²⁻ dissoute dans la pâte fraîche est inversement proportionnelle au pourcentage de liant. Après 14 jours de cure la quantité de SO₄²⁻ augmente beaucoup, puis baisse après 28 jours de cure avant d'augmenter à nouveau après 56 jours.
- le ciment aux cendres volantes SL, la quantité de SO₄²⁻ dissoute dans la pâte fraîche est proportionnelle au pourcentage de liant. Mais après 14 jours de cure cette quantité augmente proportionnellement au pourcentage de liant avant de chuter légèrement après 56 jours de cure. Mais à 6%wt, la quantité de SO₄²⁻ chute beaucoup après 28 jours avant d'augmenter après 56 jours.
- le ciment au laitier CL, la quantité de SO₄²⁻ est indépendante du pourcentage de liant. Après 14 jours de cure la quantité de SO₄²⁻ augmente beaucoup avant de diminuer progressivement avec l'âge.

Tableau 18 – Évolution du sulfate SO_4^{2-} dans le remblai LVT avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Sulfate SO_4^{2-} (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
FA	FA@3%	3	2803,9	8956,8	5452,0	4403,5
	FA@4,5%	4,5	2645,1	8237,9	5541,9	5751,6
	FA@6%	6	1986,1	8837,0	6260,8	9765,7
CP	CP@3%	3	2204,8	8118,1	3774,5	5242,3
	CP@4,5%	4,5	2186,8	11652,9	3265,2	7219,4
	CP@6%	6	1704,5	8118,1	2126,9	8627,3
SL	SL@3%	3	2453,4	4553,3	8627,3	4553,3
	SL@4,5%	4,5	2711,0	7429,1	7998,3	5721,6
	SL@6%	6	2956,7	8926,9	3714,5	6320,7
CL	CL@3%	3	3265,2	9346,3	8028,2	9556,0
	CL@4,5%	4,5	2851,8	10454,6	9436,1	8956,8
	CL@6%	6	2923,7	9166,5	8417,6	6979,7

c) Fer (Fe)

Le Tableau 19 montre que la quantité de fer dans la pâte fraîche est très faible et cette quantité varie très peu en fonction du pourcentage de liant et ce, pour tous les types de liant. Dans le remblai avec le liant CP la quantité de Fe en solution est relativement grande mais baisse rapidement pour atteindre des valeurs négligeables à 56 jours de cure. Ceci s'explique fort probablement par une précipitation du Fe sous forme d'oxy-hydroxyde de fer.

Tableau 19 – Évolution du fer Fe dans le remblai LVT avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Fer Fe (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
FA	FA@3%	3	< 0,1	0,086	1,04	0,004
	FA@4,5%	4,5	0,062	0,048	< 0,1	< 0,1
	FA@6%	6	0,036	0,004	< 0,1	0,009
CP	CP@3%	3	0,071	0,123	< 0,1	0,001
	CP@4,5%	4,5	0,072	0,149	< 0,1	0,043
	CP@6%	6	0,085	0,189	0,016	0,041
SL	SL@3%	3	0,012	0,1	< 0,1	0,052
	SL@4,5%	4,5	< 0,1	0,089	0,022	< 0,1
	SL@6%	6	< 0,1	0,106	< 0,1	0,006
CL	CL@3%	3	0,026	0,104	0,196	0,034
	CL@4,5%	4,5	0,029	0,052	0,182	0,032
	CL@6%	6	0,038	0,058	0,22	0,029

d) Aluminium (Al)

Le Tableau 20 montre que la quantité de Al dans la pâte fraîche varie très peu en fonction du pourcentage de liant et ce, pour tous les types de liant. Al est stable sous forme d'hydrates.

Tableau 20 – Évolution de l'aluminium Al dans le remblai LVT avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Aluminium Al (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
FA	FA@3%	3	0,502	2,59	1	0,009
	FA@4,5%	4,5	0,204	9,38	1,19	0,213
	FA@6%	6	0,17	9,23	3,78	0,136
CP	CP@3%	3	0,164	0,072	0,091	0,005
	CP@4,5%	4,5	0,099	0,149	0,469	0,006
	CP@6%	6	0,08	0,175	0,46	0,008
SL	SL@3%	3	0,04	0,061	0,071	0,019
	SL@4,5%	4,5	0,054	0,06	0,065	< 0,1
	SL@6%	6	0,065	0,047	0,53	< 0,1
CL	CL@3%	3	0,967	0,037	0,169	< 0,1
	CL@4,5%	4,5	0,909	0,106	0,158	< 0,1
	CL@6%	6	0,744	0,121	0,192	< 0,1

e) Silicium (Si)

Le Tableau 21 montre que la quantité de Si dans la pâte fraîche varie très peu avec le pourcentage de liant et ce, pour tous les types de liant. Le silicium est dosé à de très faibles quantités dans les solutions résiduelles, prouvant que cet élément rentre bien dans la formation des hydrates (principalement du C-S-H) et que ces derniers sont stables.

Tableau 21 – Évolution du silicium Si dans le remblai LVT avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Silicium Si (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
FA	FA@3%	3	2,99	0,252	0,228	1,92
	FA@4,5%	4,5	2,94	0,285	0,233	0,768
	FA@6%	6	3,19	0,457	0,034	0,595
CP	CP@3%	3	2,57	0,677	0,895	1,4
	CP@4,5%	4,5	2,25	0,638	0,512	1,22
	CP@6%	6	2,21	0,624	0,318	0,925
SL	SL@3%	3	4,68	5,31	2,79	3,11
	SL@4,5%	4,5	5,09	3,18	2,7	2,23
	SL@6%	6	5,66	2,89	2,49	3,07
CL	CL@3%	3	2,02	2,44	1,81	10,6
	CL@4,5%	4,5	2,87	5,13	1,7	12,5
	CL@6%	6	2,79	5,2	1,81	11,8

f) Magnésium (Mg)

Le Tableau 22 montre que mis à part le liant SL, la quantité de Mg est nulle dans la pâte fraîche et ne varie presque pas pour tous les trois autres types de liant.

Tableau 22 – Évolution du magnésium Mg dans le remblai LVT avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Magnésium Mg (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
FA	FA@3%	3	< 0,1	< 0,1	2,46	42,3
	FA@4,5%	4,5	< 0,1	< 0,1	2,85	8,3
	FA@6%	6	< 0,1	< 0,1	< 0,1	24,2
CP	CP@3%	3	< 0,1	5,46	0,145	8,63
	CP@4,5%	4,5	< 0,1	0,966	< 0,1	12,2
	CP@6%	6	< 0,1	< 0,1	< 0,1	2,46
SL	SL@3%	3	6,2	72,1	16,3	25,1
	SL@4,5%	4,5	5,31	67,1	17,9	5,82
	SL@6%	6	5,06	65,5	< 0,1	13,9
CL	CL@3%	3	< 0,1	63,2	66	68,6
	CL@4,5%	4,5	< 0,1	11,9	62,2	56,7
	CL@6%	6	< 0,1	7,92	33,7	53,3

4.3 REMBLAI HML

4.3.1 Évolution du pH, Eh et de la conductivité du remblai HML

Pour le remblai HML, le Tableau 23 montre que le pH ne semble pas augmenter de façon importante selon le pourcentage de ciment sauf dans le cas du liant CL. Par ailleurs, on voit que l'âge contribue à une baisse du pH et ce quelque soit la recette. Ceci prouve qu'il y a production d'acide dû à l'oxydation des sulfures au sein du remblai. La différence de pH entre les mélanges à base de CP et ceux à base de scories s'explique par les rapports différents de Si/Ca dans les ciments qui composent ces recettes.

La montée des Eh à 56 jours confirme cela. Les conductivités sont très élevées et semblent augmenter avec l'augmentation du pourcentage de ciment. Les éléments en solution permettent d'expliquer ce comportement différent d'un ciment à l'autre. l'âge conduit en général à un augmentation de la conductivité dans les remblais.

Tableau 23 – Résultats de l'analyse géochimique à l'électrode du remblai HML

Nom liant	Nom échantillon	pH				Eh				Conductivité électrique			
		0 j	14 j	28 j	56 j	0 j	14 j	28 j	56 j	0 j	14 j	28 j	56 j
CP	CP@3%	12,25	10,74	10,54	11,42	283,3	332,5	310,7	337,2	4960	2540	2930	1820
	CP@4,5%	12,34	11,04	9,95	8,25	278,1	316,6	319,9	366,5	6130	2940	3720	3860
	CP@6%	12,36	11,17	10,84	9,85	275,1	310,5	295,6	357,6	6450	3090	3680	3770
FA	FA@3%	12,07	9,71	9,9	7,29	295,1	331,1	331,3	361	3700	2810	2490	3730
	FA@4,5%	12,17	9,82	9,16	7,81	291	332,3	347,2	359,4	4540	3360	4030	4490
	FA@6%	12,23	10,05	9,61	7,75	289,3	326,5	343,8	357,6	5080	3520	3820	5240
CL	CL@3%	11,66	9,65	9,59	8,11	321,1	325	350,6	346,3	1780	2340	2720	2680
	CL@4,5%	11,85	9,75	9,63	8,52	307,8	317,6	341,3	341,4	2480	2700	2690	2750
	CL@6%	11,99	10,85	10,63	10,68	301,1	294	319,2	318,2	3150	2240	2130	1830

4.3.2 Évolution des éléments chimiques dans le remblai HML

a) Calcium (Ca)

Le Tableau 24 montre qu'à un âge jeune (pâte fraîche), la quantité de calcium varie avec le pourcentage de liant, et ce pour les quatre types de liants utilisés. Par ailleurs, à des âges plus avancés les différents ciments se comportent différemment :

- pour le liant CP : après 14 jours la quantité de Ca diminue puis augmente après 28 jours
- pour le ciment aux cendres volantes FA : globalement, la quantité de Ca augmente avec l'âge.
- pour le ciment au laitier CL : la quantité de Ca augmente légèrement avec l'âge.

Les hydrates de calcium stables en début de cure se désolubilisent pour donner d'autres hydrates non calciques (décalcification); ce qui confirme l'évolution du pH dans ces remblais.

Tableau 24 – Évolution du calcium Ca dans le remblai HML avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Calcium Ca (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
CP	CP@3%	3	525	493	570	176
	CP@4,5%	4,5	648	518	769	788
	CP@6%	6	640	505	671	714
FA	FA@3%	3	419	472	381	711
	FA@4,5%	4,5	487	499	686	709
	FA@6%	6	513	415	531	756
CL	CL@3%	3	265	382	461	478
	CL@4,5%	4,5	312	451	462	490
	CL@6%	6	387	298	285	216

b) Sulfate (SO₄²⁻)

Le Tableau 25 montre que la quantité de sulfates dans la pâte fraîche varie peu avec le pourcentage de liant, et ce pour les quatre types de liants utilisés. Cependant à des âges plus avancés les différents ciments se comportent différemment et les quantités de sulfate libérées augmentent beaucoup. Ce qui témoigne d'une oxydation des sulfures confirmée par les faibles pH. On observe une certaine baisse de la quantité de sulfate dans certains cas après 28 jours de cure due vraisemblablement à la précipitation des sulfates sous forme de gypse et/ou d'ettringite (cas des mélanges à base de scories).

Tableau 25 – Évolution du sulfate SO₄²⁻ dans le remblai HML avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Sulfate SO ₄ ²⁻ (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
CP	CP@3%	3	641,1	5991,2	6380,6	2920,7
	CP@4,5%	4,5	707,0	2845,8	6530,4	6260,8
	CP@6%	6	608,1	2519,3	4912,8	5541,9
FA	FA@3%	3	814,8	3175,3	6530,4	5332,2
	FA@4,5%	4,5	844,8	6320,7	6230,8	5871,4
	FA@6%	6	835,8	5901,3	6021,2	7009,7
CL	CL@3%	3	647,0	5032,6	9885,5	8986,8
	CL@4,5%	4,5	647,0	7578,9	11263,5	9106,6
	CL@6%	6	778,9	5332,2	8657,3	5092,5

c) Fer (Fe)

Le Tableau 26 montre que la quantité de Fe dans la pâte fraîche diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant, et ce pour les quatre types de liants utilisés. La quantité de fer en solution est très faible par rapport au calcium et des sulfates qui sont plus solubles (le gypse ayant un taux de solubilité relativement élevé) par rapport aux espèces du fer qui sont très stables et précipitent sur place sous forme d'oxy-hydroxydes.

Tableau 26 – Évolution du fer Fe dans le remblai HML avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Fer Fe (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
CP	CP@3%	3	0,627	0,205	0,382	0,887
	CP@4,5%	4,5	0,521	0,24	0,309	0,361
	CP@6%	6	0,339	0,245	0,237	0,276
FA	FA@3%	3	0,132	1,76	0,185	1,14
	FA@4,5%	4,5	0,105	0,212	0,056	0,159
	FA@6%	6	0,096	0,156	0,118	0,133
CL	CL@3%	3	1,09	0,075	0,046	< 0,1
	CL@4,5%	4,5	0,938	0,071	0,038	< 0,1
	CL@6%	6	0,838	0,063	0,035	0,002

d) Aluminium (Al)

Le Tableau 27 montre que la quantité de Al dans la pâte fraîche diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant, et ce pour les quatre types de liants utilisés. On note que la quantité de Al en solution est très faible même pour les liants les plus alumineux. Ce qui est vraisemblablement dû à la stabilité des sulfoaluminates hydratés (mono et trisulfoaluminate = ettringite).

Tableau 27 – Évolution de l'aluminium Al dans le remblai HML avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Aluminium Al (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
CP	CP@3%	3	0,132	1,76	0,185	1,14
	CP@4,5%	4,5	0,105	0,212	0,056	0,159
	CP@6%	6	0,096	0,156	0,118	0,133
FA	FA@3%	3	0,203	0,27	1,38	0,502
	FA@4,5%	4,5	0,161	1,79	1,11	0,833
	FA@6%	6	0,144	1,76	1,21	0,75
CL	CL@3%	3	0,643	0,167	0,093	0,116
	CL@4,5%	4,5	0,391	0,146	0,132	0,123
	CL@6%	6	0,267	0,513	0,366	0,518

e) Silicium (Si)

Le Tableau 28 montre que la quantité de Si dans la pâte fraîche diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant, et ce pour les quatre types de liants utilisés. Cependant à des âges plus avancés, Si en solution baisse avant d'augmenter au bout de 56 jours pour le liant CP, Si baisse même après 56 jours pour le liant FA et Si en solution est plus important (richesse de la scorie en Si) mais la cure entraîne une consommation de celui-ci.

Tableau 28 – Évolution du silicium Si dans le remblai HML avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Silicium Si (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
CP	CP@3%	3	2,79	0,423	0,98	0,929
	CP@4,5%	4,5	1,73	1,29	1,02	1,16
	CP@6%	6	1,47	1,19	0,926	1,37
FA	FA@3%	3	7,34	0,976	0,345	0,642
	FA@4,5%	4,5	4,98	0,479	0,148	0,555
	FA@6%	6	3,83	0,525	0,436	0,584
CL	CL@3%	3	9,24	1,16	1,27	1,07
	CL@4,5%	4,5	8,54	1,02	0,946	1,08
	CL@6%	6	6,71	1,43	1,5	1,48

f) Magnésium (Mg)

Le tableau 29 montre que la quantité de Mg dans la pâte fraîche est nulle, et ce pour les quatre types de liants utilisés. Cependant à des âges plus avancés les différents ciments se comportent différemment :

- pour le ciment Portland CP : le Mg est dissout en solution entre 14 et 28 jours de cure pour le mélange à 3%wt. Pour les mélanges plus riches en liant le Mg apparaît plus tardivement.
- pour le ciment aux cendres volantes FA : le Mg dissout est plus important que dans les cas des mélanges à base de CP et CL. La quantité de Mg augmente avec l'âge du remblai.
- pour le ciment au laitier CL : le Mg est dissout entre 14 et 28 jours et est issu des phases du ciment.

Tableau 29 – Évolution du magnésium Mg dans le remblai HML avec la durée de cure

Nom liant	Nom échantillon	Pourcentage liant (%)	Magnésium Mg (mg/L)			
			0 j	14 j	28 j	56 j
CP	CP@3%	3	< 0,1	3,67	0,178	< 0,1
	CP@4,5%	4,5	< 0,1	< 0,1	1,68	4,86
	CP@6%	6	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,878
FA	FA@3%	3	< 0,1	< 0,1	1,36	18,2
	FA@4,5%	4,5	< 0,1	2,93	11,1	17,9
	FA@6%	6	< 0,1	0,552	3,84	18,2
CL	CL@3%	3	< 0,1	4,86	4,64	2,52
	CL@4,5%	4,5	< 0,1	3,71	2,56	2,45
	CL@6%	6	< 0,1	0,158	0,428	< 0,1

5. RÉSULTATS DE L'ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DES REMBLAIS EN PÂTE

Des morceaux des échantillons qui ont été soumis aux essais de compression uniaxiale (essais destructifs) ont été choisis pour la caractérisation de la microstructure, à savoir les observations au microscope électronique à balayage (MEB), la mesure de la surface spécifique et la quantification de la porosité au mercure.

5.1 OBSERVATIONS AU MEB ET MICRO-ANALYSES EDS

5.1.1 Observations au MEB

Cette étude a pour but de mettre en évidence les différences de microstructures, de textures et de cristalochimie des échantillons de remblai en pâte étudiés dans le cadre de ce projet et ensuite de recouper cette analyse avec les autres résultats de l'étude de la microstructure (surface spécifique et porosimétrie au mercure). L'étude au MEB inclut l'imagerie à différents grossissements et l'analyse spectroscopique en dispersion d'énergie (EDS). En effet, ces observations permettent de mettre en évidence l'effet du type de liant et sa proportion ainsi que l'effet du type de résidu sur la qualité de la phase cimentaire du remblai en pâte. Les images MEB permettent de rendre compte de :

- la granulométrie et de la morphologie des grains du composite étudié,
- la texture de la phase cimentaire,
- la morphologie des phases hydratées du ciment,
- la porosité du composite,
- la présence ou non de précipités secondaires.

Pour les observations au MEB et la microanalyse EDS, nous avons choisi d'analyser un échantillon par recette de remblai et ce après une durée de cure de 4 mois environ. Les images sont prises en mode électrons rétrodiffusés (back scattered electrons : BSE), qui permet la mise en évidence à la fois du contraste chimique et du contraste dû au relief. Les conditions opératoires sont les suivantes : 20 kV de voltage, un courant allant de 150 à 200 μ A, une pression baissée à 25 Pa pour éviter les effets de charge nuisibles à la qualité des images, une distance de travail de 15 mm. Les grossissements et les échelles sont indiqués en bas de chaque image. Toutes les images MEB sont présentées en annexes F, G et H. Les Tableaux 29a, 30a et 31a présentent les résultats qualitatifs des observations au MEB des échantillons de LRD, LVT et HML respectivement. Les résultats des observations des images MEB sont présentés en terme de commentaires concernant:

- la dispersion des grains,
- la présence de sulfures,
- l'existence et la nature des espaces inter-granulaires,
- l'aspect de la matrice de remblai,
- la présence de micro-fissures dans la matrice de remblai,
- la présence de macropores,
- et les précipitations secondaires.

Tableau 30a. – Commentaires sur les images MEB des échantillons de remblai LRD

Type de liant	Liant CP			Liant FA			Liant CL		
	3% wt	4,5% wt	6% wt	3% wt	4,5% wt	6% wt	3% wt	4,5% wt	6% wt
Pourcentage du liant	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne
Dispersion des grains	beaucoup	beaucoup	beaucoup	beaucoup	beaucoup	beaucoup	beaucoup	beaucoup	beaucoup
Présence de sulfures	non comblé	moyennement comblé	comblé	non comblé	moyennement comblé	moyennement comblé	non comblé	moyennement comblé	comblé
Espaces inter-granulaires	assez lâche	assez dense	dense	lâche	assez dense	assez dense	assez dense	assez dense	dense
Présence de fissures	non	non	non	quelques unes	quelques unes	quelques unes	non	non	non
Présence de macropores	non	non	non	non	non	non	non	non	non
Précipitations 2ndaires	non visibles	non visibles	non visibles	non visibles	non visibles	non visibles	non visibles	non visibles	non visibles

Tableau 31a. – Commentaires sur les images MEB des échantillons de remblai LVT

Type de liant	Liant CP			Liant FA			Liant CL		
	3% wt	4,5% wt	6% wt	3% wt	4,5% wt	6% wt	3% wt	4,5% wt	6% wt
Pourcentage du liant	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne
Dispersion des grains	moyen	moyen	moyen	moyen	moyen	moyen	moyen	moyen	moyen
Présence de sulfures	moyennement comblé	assez comblé	assez comblé	assez comblé	comblé	comblé	moyennement comblé	comblé	comblé
Espaces inter-granulaires	comblé	assez comblé	assez comblé	assez comblé	comblé	comblé	comblé	comblé	comblé
Aspect de la matrice	lâche + non	assez dense	assez dense	assez dense	dense	dense	lâche + non	dense	dense
Présence de fissures	non	non	non	non	non	non	non	non	non
Présence de macropores	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui	oui
Précipitations 2ndaires	CaSO4	CaSO4	CaSO4	MgAlSiFe-CaSO4	CaSO4, (NaMgCa)AIS ife	MgAlSiCa-FeSO4, SiFe	CaSO4	AlMgSiFe-CaSO4	AlMgSiFe-CaSO4

Tableau 32a. – Commentaires sur les images MEB des échantillons de remblai HML

Type de liant	Liant CP			Liant FA			Liant CL		
	3% wt	4,5% wt	6% wt	3% wt	4,5% wt	6% wt	3% wt	4,5% wt	6% wt
Pourcentage du liant	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne	bonne
Dispersion des grains	faible, grossiers	faible, grossiers	faible, grossiers	faible, grossiers	faible, grossiers	faible, grossiers	faible, grossiers	faible, grossiers	faible, grossiers
Présence de sulfures	non comblé	moyennement comblé	moyennement comblé	non comblé	moyennement comblé	moyennement comblé	non comblé	moyennement comblé	moyennement comblé
Espaces inter-granulaires	non comblé	assez dense	assez dense	non comblé	dense	dense	lâche	assez dense	assez dense
Aspect de la matrice	lâche	non	non	lâche	non	non	non	non	non
Présence de fissures	non	non	non	non	non	non	non	non	non
Présence de macropores	non	non	non	non	non	non	non	non	non
Précipitations 2ndaires	Fe	Fe	Fe	Fe	Fe	Fe	Fe	Fe	Fe

5.1.2 Microanalyse EDS

L'analyse EDS a été réalisée dans les mêmes conditions que l'imagerie MEB. Les spectres EDS sont pris avec des temps de comptage allant de 60 à 100 secondes en fonction du débit de photons comptés en coups par seconde. La quantification élémentaire se fait à l'aide de standards internes et l'oxygène y est dosé par stœchiométrie pour une meilleure précision (Benzaazoua 1996).

L'analyse a été effectuée en plage totale sur des sections de 6 mm² environ afin de rendre compte des différences chimiques entre les différents échantillons de remblai en pâte. La teneur en ciment peut être ainsi évaluée par le Calcium, le Silicium ou l'Aluminium et leur écart par rapport à la composition du résidu initial.

Les Tableaux 30b, 31b et 32b présentent les résultats de l'analyse EDS des différents échantillons correspondant aux différentes recettes et pour les remblais LRD, LVT et HML respectivement. Chaque valeur correspond à une moyenne de deux à quatre analyses. D'autre part, des graphiques représentant ces mêmes différences chimiques sont présentés en annexes. Les différences observées entre la teneur initiale du résidu et les teneurs mesurées sur les différents échantillons des différentes recettes de remblai sont dues à l'ajout de ciment et à son hydratation.

Remarques :

1. Toutes les quantifications des teneurs élémentaires en EDS sont réalisées en équivalent poids d'oxyde, ce qui explique les grands écarts observés pour ce qui est du soufre se trouvant en fait majoritairement sous forme de sulfures dans les échantillons étudiés. Ceci nous amène à interpréter ces résultats plus en terme de comparaison entre les échantillons qu'en terme de déterminations quantitatives précises.
2. Les analyses tiennent compte aussi de toute phase solide qui précipite à partir de la solution résiduelle suite au séchage et/ou à l'évaporation de l'eau dans les échantillons. En effet, comme démontré au chapitre 4, ces solutions sont très chargées en sulfates, calcium, silicium, aluminium, ...etc. Elles contrôlent ainsi grandement les phénomènes de cimentation eux-mêmes très liés à l'évolution naturelle (évaporation et hydratation du ciment) ou provoquée (séchage) du degré de saturation dans les remblais cimentés.

a) Remblai LRD

L'analyse EDS montre que pour ce qui est des mélanges à base de ciment portland (liant CP), la différence avec la composition initiale du résidu est nette surtout en teneur de calcium qui devient très importante dans le mélange à 6% (CP@6%).

Pour ce qui est des mélanges à base de cendres volantes (liant FA), les effets qu'on constate sont une évolution régulière du Ca en fonction du pourcentage de liant, une diminution du soufre et du Si provoquée par la dilution avec le liant. On notera aussi les fortes teneurs en Zn dans ce résidu due à la non récupération de ce métal lors du traitement primaire du minerai correspondant.

Tableau 30b. – Analyse EDS en plage totale d'échantillons de remblai LRD

	Na wt%	Al wt%	Si wt%	S wt%	K wt%	Ca wt%	Fe wt%	Zn wt%	O wt%
Résidu	0,57	2,63	10,12	32,2	0,45	1,07	26,8	4,56	-
CP@3%	0,20	3,8	8,8	16,0	0,68	0,9	19,8	5,0	44,8
CP@4,5%	0,44	3,7	9,3	15,4	0,71	0,7	19,4	5,8	44,5
CP@6%	0,29	1,8	3,9	18,8	0,39	15,8	10,7	3,8	44,6
FA@3%	0,51	3,4	8,4	16,0	0,56	0,4	19,7	6,7	44,3
FA@4,5%	0,53	3,6	8,7	15,7	0,63	0,5	18,6	7,5	44,3
FA@6%	0,54	3,7	7,8	14,6	0,60	0,8	22,5	6,9	42,7
CL@3%	0,73	3,6	9,1	16,8	0,56	1,4	17,1	4,9	45,8
CL@4,5%	0,54	2,8	8,7	15,6	0,49	1,7	20,4	5,9	43,9
CL@6%	0,00	3,3	8,5	14,7	0,64	2,7	20,7	6,1	43,3

b) Remblai LVT

L'analyse EDS montre que de façon générale pour ce qui est de l'aluminium, du sodium, du potassium et du silicium, leur teneur augmente avec le pourcentage de liant et ce pour les liants CP et FA, par contre elle diminue légèrement dans le cas du liant CL. Ceci s'explique par la dilution des silicates du résidu par l'ajout du ciment. L'effet de l'augmentation du pourcentage de liant dans les mélanges de remblai LVT est caractérisé par l'augmentation de la teneur en calcium. Les variations du soufre et du fer ne sont pas significatives.

Tableau 31b. – Analyse EDS en plage totale d'échantillons de remblai LVT

	Na wt%	Mg wt%	Al wt%	Si wt%	S wt%	K wt%	Ca wt%	Fe wt%	Zn wt%	O wt%
Résidu	0,57	0,21	2,63	10,12	32,2	0,45	1,07	26,8	4,56	-
CP@3%	0,65	2,4	4,7	12,5	9,0	0,78	2,6	24,1	0,59	42,1
CP@4,5%	0,83	2,9	5,6	14,8	7,4	0,94	2,3	21,1	0,58	42,8
CP@6%	0,75	2,7	5,6	14,2	7,6	1,05	3,6	20,5	0,64	42,6
FA@3%	0,92	9,3	3,2	7,8	15,5	0,60	1,1	14,1	0,38	46,4
FA@4,5%	0,98	2,8	5,8	15,1	7,0	0,85	1,5	22,1	0,66	42,5
FA@6%	1,25	3,0	5,9	14,6	7,2	0,92	1,7	21,4	0,62	42,6
CL@3%	0,64	3,7	5,2	16,1	7,8	0,77	0,9	20,0	0,39	44,0
CL@4,5%	0,54	3,5	5,1	15,4	7,9	0,79	2,3	20,1	0,25	43,6
CL@6%	0,52	3,6	5,0	15,8	7,9	0,76	3,6	18,4	0,20	43,9

c) Remblai HML

L'analyse EDS montre que de façon générale pour ce qui est de l'aluminium, du potassium et du silicium, leur teneur augmente avec le pourcentage du liant CP, par contre elle diminue légèrement dans le cas des liants FA et CL. Ceci s'explique par la dilution des silicates du résidu par l'ajout du ciment.

L'effet de l'augmentation du pourcentage de liant est caractérisé également par l'augmentation de la teneur en calcium dans les cas des mélanges avec les liants FA et CL contrairement au mélange avec le liant CP. Avec le remblai HML aussi, les variations du soufre et du fer ne sont pas très significatives. On notera également une forte teneur en barium du minerai correspondant.

Tableau 32b. – Analyse EDS en plage totale d'échantillons de remblai HML

	Na wt%	Al wt%	Si wt%	S wt%	K wt%	Ca wt%	Fe wt%	Ba wt%	O wt%
Résidu	0,57	2,63	10,12	32,2	0,45	1,07	26,8	0,018	-
CP@3%	1,5	5,3	18,0	9,9	3,2	6,4	5,8	4,3	45,8
CP@4,5%	1,6	6,0	23,8	4,6	3,3	3,2	7,6	5,5	44,5
CP@6%	1,3	6,3	24,7	3,1	3,5	2,9	8,5	5,8	43,9
FA@3%	1,6	6,8	25,5	4,3	3,5	1,3	6,0	5,3	45,7
FA@4,5%	2,0	6,5	24,5	4,3	3,2	2,2	6,8	5,6	45,0
FA@6%	2,0	6,6	24,1	4,4	3,3	2,7	6,4	5,6	44,9
CL@3%	1,5	6,0	24,8	5,3	3,3	2,3	5,6	5,3	45,9
CL@4,5%	1,6	6,3	24,4	4,3	3,5	2,3	6,7	6,4	44,6
CL@6%	1,1	5,4	21,1	6,9	2,9	6,3	6,1	5,3	45,0

d) Analyses ponctuelles

Des analyses ponctuelles des phases hydratées ont été réalisées afin de déterminer leur composition chimique et éventuellement leur nature. Il est très difficile de distinguer les phases primaires des phases secondaires qui apparaissent suite au séchage de l'échantillon étudié (suite à une sursaturation de la solution résiduelle due à l'évaporation de l'eau). Toutes les phases spécifiées dans le cas des remblais LVT où on a pu observé des précipités secondaires remplissant la macroporosité (bulle d'air, etc.) sont des phases d'oxydes hydratés. Quelques exemples seront présentés en annexe G (images spectres EDS et quantifications).

5.2 Résultats de la mesure de la surface spécifique

La surface spécifique des échantillons de remblai a été mesurée par volumétrie d'adsorption d'azote avec l'appareil GEMINI de MICROMERETICS® qui permet d'obtenir l'isotherme complète (cf. §2.5.2). Les valeurs reportées dans les tableaux de résultats sont issues de l'analyse multipoint de la surface spécifique B.E.T. Ces valeurs reflètent la finesse des grains des remblais et pour un même résidu.

Par conséquent la surface spécifique reflète le degré de cimentation du remblai. En effet, la cimentation dans un composite est conditionnée par le degré d'enchevêtrement des hydrates formés de l'hydratation du ciment.

5.2.1 Remblai LRD

Sur la Figure 13 on observe globalement que S_v croît quand le pourcentage de liant augmente, sauf pour le liant SL. En ne tenant pas compte de la valeur du résidu seul, on peut dire que S_v est proportionnel au pourcentage de liant et ce pour tous les 4 types de liant. Ceci se traduit par le fait que la finesse de division du remblai est de plus en plus élevée lorsque le pourcentage de liant augmente.

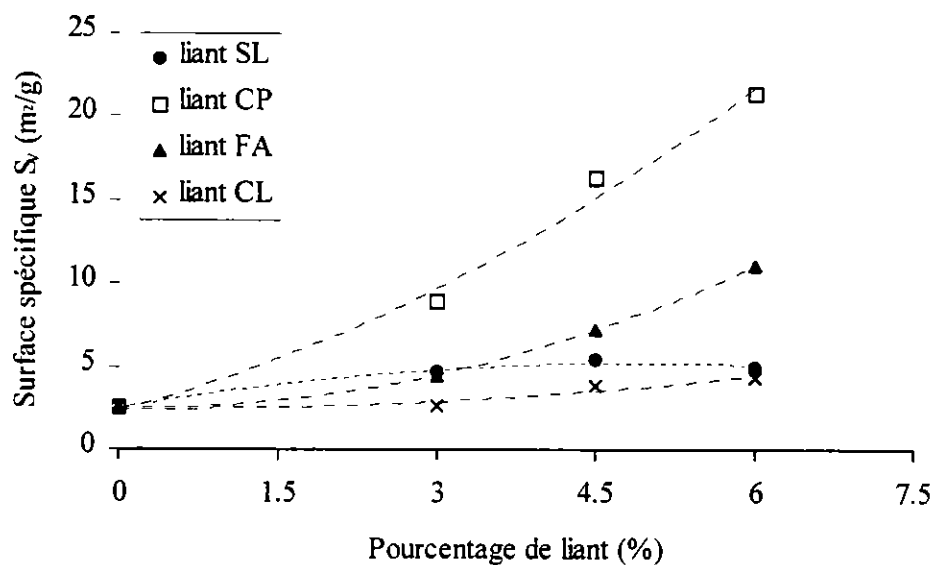


Figure 13. Évolution de S_v du remblai LRD en fonction du pourcentage de liant

Le Tableau 33 présente les résultats de l'analyse multipoint de la mesure de la surface spécifique S_v du remblai LRD. On note que pour un même pourcentage de liant, la valeur de S_v dépend du type de liant et elle est toujours plus élevée pour le liant CP. La densité relative du remblai HML diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant. Cette diminution est très faible pour les remblais à base des liants contenant le laitier (SL et CL) indiquant une quasi absence de l'influence de ce type de liant sur la densité du remblai.

Tableau 33. – Surfaces spécifiques du remblai LRD

Param.	Résidu	Liant SL			Liant CP			Liant FA			Liant CL		
		3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%
S_v (m^2/g)	2.510	4.656	5.431	4.993	8.904	16.263	21.330	4.492	7,286	11.057	2,670	3.844	4.352
D_r	3.795	3,795	3,757	3,741	3,634	3,554	3,462	3,714	3,635	3,578	3,763	3,730	3,701

5.2.2 Remblai LVT

La Figure 14 montre globalement que S_v croît avec l'augmentation du pourcentage de liant. Cette croissance est quasi linéaire concernant le liant CP. En ne tenant pas compte de la valeur du résidu seul, on observe que S_v est proportionnel au pourcentage de liant et ce pour tous les 4 types de liant. Là également la finesse du remblai est de plus en plus élevée lorsque le pourcentage de liant augmente.

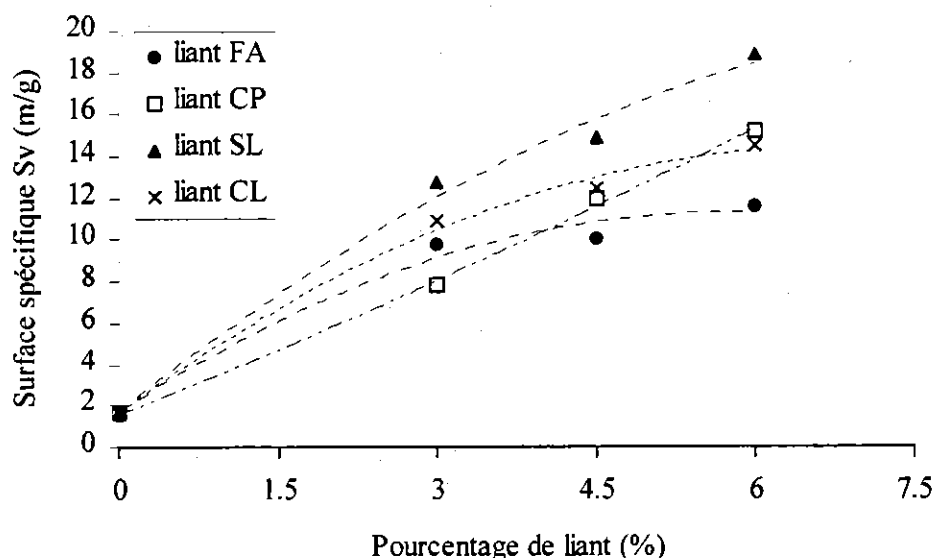


Figure 14. Évolution de S_v du remblai LVT en fonction du pourcentage de liant

Le Tableau 34 présente les valeurs de la surface spécifique S_v multipoint du remblai LVT et pour les 4 types de liant. Pour un même pourcentage de liant, la valeur de S_v dépend du type de liant et elle est toujours plus élevée pour le liant SL. La densité relative quant à elle diminue légèrement avec le pourcentage de liant.

Tableau 34. – Surfaces spécifiques du remblai LVT

Param.	Résidu	Liant FA			Liant CP			Liant SL			Liant CL		
		3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%
S_v (m^2/g)	1,721	9,757	10,059	11,604	7,795	11,959	15,217	12,773	14,852	18,828	10,895	12,464	14,482
D_r	3,312	3,209	3,203	3,159	3,251	3,190	3,137	3,225	3,220	3,181	3,206	3,220	3,177

5.2.3 Remblai HML

La Figure 15 montre globalement que S_v croît nettement avec l'augmentation du pourcentage de liant pour les liants CP et FA, et moins nettement pour le liant CL. En ne tenant pas compte de la valeur du résidu seul, S_v croît vite avec l'augmentation du pourcentage des liants CP et FA et plus faiblement pour le liant CL. On peut dire aussi que la finesse du remblai HML augmente avec l'augmentation du pourcentage de liant.

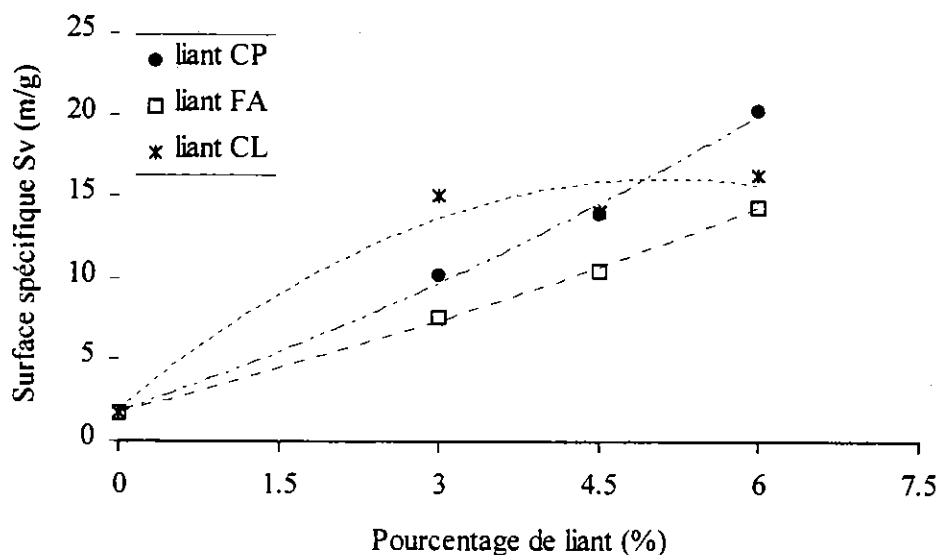


Figure 15. Évolution de S_v du remblai HML en fonction du pourcentage de liant

Le Tableau 35 présente les valeurs de la surface spécifique S_v multipoint du remblai HML et pour les 4 types de liant. On observe que pour un même pourcentage de liant, la valeur de S_v dépend du type de liant et elle est toujours plus élevée pour le liant CL. La densité relative quant à elle diminue légèrement avec le pourcentage de liant.

Tableau 35. – Surfaces spécifiques du remblai HML

Param.	Résidu	Liant CP			Liant FA			Liant CL		
		3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%	3%	4,5%	6%
S_v (m^2/g)	1,6075	10,240	13,881	20,206	7,5937	10,466	14,345	15,001	14,051	16,311
D_r	2,9133	2,9027	2,8517	2,8340	2,9172	2,8889	2,8718	2,8717	2,8868	2,8666

5.3 QUANTIFICATION DE LA POROSITÉ AU MERCURE

Les résultats de la porosimétrie au mercure (Hg), obtenus avec l'appareil AUTOPORE III de Micromeritics®, sont présentés sous forme de tableaux (Tableaux 35 à 40) dans le corps du texte et sous forme de graphiques en annexe (Annexes I, J, K). Les résultats dans les tableaux concernent

- (i) la porosité totale au mercure (nt_{Hg}), la porosité libre (nl_{Hg}) et la porosité piégée (np_{Hg}),
- (ii) le nombre de familles de pore et leur diamètre moyen (D_m). Un nombre maximal de 3 familles a été observé sur l'ensemble des échantillons des trois remblais.

Rappelons que la première injection de mercure permet d'obtenir la porosité totale, la deuxième injection permet d'obtenir la porosité libre et la différence de ces deux porosités correspond à la porosité piégée. Lorsqu'une famille est observée après la première injection de mercure et elle ne l'est plus après la deuxième injection, c'est que cette famille a complètement piégé le mercure injecté. De nos résultats expérimentaux, on note que généralement lorsque deux familles de pore sont observées, la famille la plus importante et la plus représentative est la deuxième famille. Aussi, lorsque trois familles de pore sont observées, c'est la troisième famille qui est la plus importante et la plus représentative. Les deuxième et troisième familles observées pour les remblais comportant trois familles correspondent à la deuxième famille pour les remblais comportant deux familles de pore. Ceci est bien en évidence sur les courbes de porosité incrémentale dans les Annexes I, J et K.

5.3.1 Remblai LRD

Le Tableau 36 présente les valeurs des porosités totale, libre et piégée du remblai LRD, pour chaque type de liant et pour chaque pourcentage de liant. On note que la porosité totale n_{tHg} est en moyenne de l'ordre de 35% avec le ciment au laitier CL, de l'ordre de 40% avec le laitier de haut fourneau SL et le ciment Portland CP, de l'ordre de 44% avec le ciment aux cendres volantes FA. De manière globale la porosité libre reste assez faible quelque soit le liant utilisé, traduisant le caractère peu perméable de ce remblai. Mais la caractéristique commune à tous ces quatre liants est le fait que le remblai piège presque la totalité du mercure injecté, dû à la géométrie des pores qui auraient une géométrie irrégulière plutôt que des capillaires.

Tableau 36. – Résultats de la porosimétrie au mercure du remblai LRD

Nom liant	Echantillon	Pourcentage liant (%)	Porosité au mercure		
			n_{tHg}	n_{lHg}	n_{pHg}
SL	SL@3%	3	0,39	0,09	0,30
	SL@4,5%	4,5	0,39	0,05	0,34
	SL@6%	6	0,40	0,04	0,36
CP	CP@3%	3	0,40	0,04	0,36
	CP@4,5%	4,5	0,39	0,07	0,33
	CP@6%	6	0,42	0,04	0,38
FA	FA@3%	3	0,46	0,08	0,38
	FA@4,5%	4,5	0,46	0,26	0,21
	FA@6%	6	0,39	0,06	0,33
CL	CL@3%	3	0,35	0,12	0,23
	CL@4,5%	4,5	0,11	0,07	0,04
	CL@6%	6	0,39	0,09	0,30

Le Tableau 37 présente par contre les valeurs des diamètres moyens des familles de pore observées. Pour le remblai LRD, deux familles de pore ont été observées pour chaque type de liant sauf le laitier de haut fourneau SL (3%) et le ciment Portland CP (3%) pour lesquels trois familles de pore ont été identifiées. Quelque soit le type de liant et son pourcentage dans le remblai LRD, la première famille de pore a toujours été observée et son diamètre moyen varie dans l'intervalle 123-125 μm ; il s'agit principalement de macropores ne nécessitant pas de pressions élevées pour faire pénétrer le mercure dans l'échantillon. Avec le liant FA le diamètre moyen de la famille principale de pore varie dans l'intervalle 0,7-1,2 μm et celui du liant CL dans l'intervalle 0,4-1,2 μm .

Tableau 37. – Familles et diamètres moyens des pores du remblai LRD

Nom liant	% liant	Nom échantillon	Nombre familles	D_m 1ère famille (μm)		D_m 2ème famille (μm)		D_m 3ème famille (μm)	
				1ère inj.	2ème inj.	1ère inj.	2ème inj.	1ère inj.	2ème inj.
SL	3	SL@3%	3	122,8	122,8	22,5	no	1,2	0,6
	4,5	SL@4,5%	2	123,6	123,6	1,2	0,9	no	no
	6	SL@6%	2	123,6	123,6	1,4	0,3	no	no
CP	3	CP@3%	3	123,3	123,3	10,2	8,1	1,2	0,1
	4,5	CP@4,5%	2	125,0	123,3	1,4	0,2	no	no
	6	CP@6%	2	125,0	123,3	0,5	0,0	no	no
FA	3	FA@3%	2	123,3	122,9	1,2	0,2	no	no
	4,5	FA@4,5%	2	123,3	no	0,9	0,9	no	no
	6	FA@6%	2	123,3	123,3	0,7	0,1	no	no
CL	3	CL@3%	2	123,8	124,6	0,9	0,6	no	no
	4,5	CL@4,5%	2	123,8	124,6	0,4	0,5	no	no
	6	CL@6%	2	124,8	124,8	1,2	0,5	no	no

*no = non observée, inj. = injection du mercure

5.3.2 Remblai LVT

Le Tableau 38 contient les valeurs des porosités (totale, libre et piégée) du remblai LVT, pour chaque type de liant et pour chaque pourcentage de liant. On note que la porosité totale n_{tHg} est en moyenne de l'ordre de 40% avec le ciment aux cendres volantes FA et le ciment Portland CP, et de l'ordre de 43% avec le laitier de haut fourneau SL et le ciment au laitier CL. Pour le remblai LVT également la porosité libre reste assez faible quelque soit le liant utilisé (sauf à 6%CL), traduisant le caractère peu perméable de ce remblai. De ce fait, ce remblai piège presque la totalité du mercure injecté, dû probablement à une géométrie irrégulière des pores qui ne seraient pas des capillaires.

Tableau 38.- Résultats de la porosimétrie au mercure du remblai LVT

Nom liant	Echantillon	Pourcentage liant (%)	Porosité au mercure		
			n_{tHg}	n_{lHg}	n_{pHg}
FA	FA@3%	3	0,41	0,03	0,39
	FA@4,5%	4,5	0,39	0,04	0,36
	FA@6%	6	0,40	0,13	0,27
CP	CP@3%	3	0,39	0,06	0,34
	CP@4,5%	4,5	0,40	0,06	0,35
	CP@6%	6	0,39	0,07	0,32
SL	SL@3%	3	0,44	0,03	0,41
	SL@4,5%	4,5	0,42	0,05	0,37
	SL@6%	6	0,43	0,10	0,33
CL	CL@3%	3	0,43	0,07	0,36
	CL@4,5%	4,5	0,41	0,08	0,33
	CL@6%	6	0,44	0,36	0,08

Le Tableau 39 présente les valeurs des diamètres moyens des familles de pore observées. Pour le remblai LVT, deux familles de pore ont été observées pour chaque type de liant sauf le laitier de haut fourneau SL (6%) et le ciment au laitier CL (6%) pour lesquels trois familles de pore ont été identifiées. La première famille de pore dans le remblai LVT, constituée principalement de macropores, a été observée quelque soit le type de liant et son pourcentage.

Son diamètre moyen varie dans l'intervalle 123-125 μm sauf celui à 6%CP. Avec le liant FA le diamètre moyen de la famille principale de pore est de 1,2 μm et celui du liant CP varie dans l'intervalle 0,7-1,2 μm .

Tableau 39. – Familles et diamètres moyens des pores du remblai LVT

Nom liant	% liant	Nom échantillon	Nombre familles	D_m 1ère famille (μm)		D_m 2ème famille (μm)		D_m 3ème famille (μm)	
				1ère inj.	2ème inj.	1ère inj.	2ème inj.	1ère inj.	2ème inj.
FA	3	FA@3%	2	122,5	122,5	1,2	no*	no	no
	4,5	FA@4,5%	2	123,3	123,3	1,2	no	no	no
	6	FA@6%	2	123,6	237,7	1,2	0,7	no	no
CP	3	CP@3%	2	124,3	124,1	1,2	0,1	no	no
	4,5	CP@4,5%	2	124,1	242,7	0,7	0,1	no	no
	6	CP@6%	2	237,1	no	0,7	0,1	no	no
SL	3	SL@3%	2	123,3	123,3	1,2	no	no	no
	4,5	SL@4,5%	2	123,3	235,6	0,7	no	no	no
	6	SL@6%	3	123,3	51,0	2,7	no	0,4	0,1
CL	3	CL@3%	2	122,7	122,7	1,4	0,2	no	no
	4,5	CL@4,5%	2	123,7	123,7	1,2	0,2	no	no
	6	CL@6%	3	124,8	124,8	8,1	no	0,7	0,9

*no = non observée, inj. = injection du mercure

5.3.3 Remblai HML

Le Tableau 40 résume les valeurs des porosités (totale, libre et piégée) du remblai HML, pour chaque type et chaque pourcentage de liant. On note que la porosité totale n_{tHg} est en moyenne de l'ordre de 45% pour les trois liants utilisés (CP, FA et CL). La porosité libre est faible et varie entre 10 et 20%, sauf à 6%CP (36%) et avec le liant CL (environ 36%). Par conséquent, le remblai HML contenant les liants CP (sauf à 6%) et FA présente un caractère peu perméable (piégeage de la presque totalité du mercure injecté).

Au contraire le remblai HML fabriqué avec le ciment au laitier CL (quelque soit le pourcentage) possède un gros potentiel de drainage dû probablement à une géométrie des pores semblable à des capillaires; phénomène qui n'a pas été observé pour les remblais LRD et LVT.

Tableau 40. – Résultats de la porosimétrie au mercure du remblai HML

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Porosité au mercure		
			n_{tHg}	n_{lHg}	n_{pHg}
CP	3	CP@3%	0,45	0,11	0,35
	4,5	CP@4,5%	0,44	0,19	0,25
	6	CP@6%	0,46	0,36	0,10
FA	3	FA@3%	0,45	0,17	0,29
	4,5	FA@4,5%	0,47	0,09	0,38
	6	FA@6%	0,44	0,18	0,26
CL	3	CL@3%	0,44	0,31	0,13
	4,5	CL@4,5%	0,45	0,39	0,05
	6	CL@6%	0,46	0,36	0,10

Le Tableau 41 présente les valeurs des diamètres moyens des familles de pore observées. Pour le remblai HML, deux familles de pore ont été observées pour chaque type et chaque pourcentage de liant. La première famille de pore (macropores) dans le remblai HML a été observée pour tous les types de liant et les trois pourcentages de liant. Son diamètre moyen varie dans l'intervalle 123-125 μm . Le diamètre moyen des familles principales varie dans l'intervalle 1,2-2,2 μm pour le liant CP, 1,8-2,7 μm pour le liant FA et 1,2-1,8 μm pour le liant CL.

Tableau 41. – Familles et diamètres des pores du remblai HML

Nom liant	% liant	Nom échantillon	Nombre familles	D_m 1ère famille (μm)		D_m 2ème famille (μm)		D_m 3ème famille (μm)	
				1ère inj.	2ème inj.	1ère inj.	2ème inj.	1ère inj.	2ème inj.
CP	3	CP@3%	2	123,7	123,7	1,2	1,2	no	no
	4,5	CP@4,5%	2	125,0	125,0	2,2	1,4	no	no
	6	CP@6%	2	125,0	125,0	1,8	1,8	no	no
FA	3	FA@3%	2	123,4	123,4	2,2	2,2	no	no
	4,5	FA@4,5%	2	123,4	123,4	2,7	1,8	no	no
	6	FA@6%	2	123,7	123,7	1,8	1,8	no	no
CL	3	CL@3%	2	123,3	123,3	1,2	1,2	no	no
	4,5	CL@4,5%	2	124,9	124,9	1,8	2,2	no	no
	6	CL@6%	2	124,9	124,9	1,2	1,2	no	no

*no = non observée, inj. = injection du mercure

6. RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION PHYSIQUE ET GÉOTECHNIQUE DES REMBLAIS EN PÂTE

La caractérisation physique et géotechnique concerne essentiellement le calcul des paramètres décrivant

- (i) les propriétés physiques du remblai cimenté en pâte telles que les masses volumiques humide ρ_h et sèche ρ_d , la densité relative D_r
- (ii) les propriétés hydrauliques telles que la teneur en eau massique w , la teneur en volumique θ et le degré de saturation S_r
- (iii) les propriétés texturales telles que l'indice des vides e et la porosité calculée n .

La masse volumique humide ρ_h a été calculée en connaissant la géométrie initiale des éprouvettes. La masse volumique sèche ρ_d a été calculée à partir de ρ_h et de la teneur en eau massique w . La densité relative D_r a été déterminée au pycnomètre à hélium tandis que la teneur en eau volumique θ , l'indice des vides e , le degré de saturation S_r et la porosité n ont été calculés.

Les résultats sont présentés sous forme de tableaux dans le corps du texte (Tableaux 41 à 64), et sous forme de graphiques en annexe (Annexes L, M, N). Les différents paramètres ont été présentés dans les tableaux, pour chaque remblai et pour tous les types de liant et leur pourcentage en fonction de la durée de cure.

6.1 REMBLAI LRD

Pour les quatre types de liant et les trois pourcentages utilisés, la résistance mécanique du remblai LRD était quasi nulle après 14 jours de cure. Le remblai avait une matrice molle se fondant sur elle-même sous l'effet de la gravité. De ce fait les paramètres géométriques des éprouvettes n'ont pu être mesurés et par conséquent certains paramètres n'ont pu être calculés.

6.1.1 Masses volumiques

a) Masse volumique totale ou humique

Le Tableau 42 montre que la masse volumique humide ne varie pas énormément au cours du temps et reste parfois constante selon le type de liant et son pourcentage. Pour chaque durée de cure, ρ_h est plus élevé à 4,5%wt et 6%wt qu'à 3%wt pour le ciment Portland CP mais exactement l'inverse pour le ciment aux cendres volantes FA.

Tableau 42. – Masse volumique humide du remblai LRD au cours du temps de cure

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Masse volumique humide ρ_h (g/cm ³)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
SL	3	SL@3%	nc	nc	nc	2,47
	4,5	SL@4,5%	nc	nc	2,54	2,51
	6	SL@6%	nc	2,48	2,52	2,53
CP	3	CP@3%	nc	2,42	2,39	2,37
	4,5	CP@4,5%	nc	2,44	2,44	2,44
	6	CP@6%	nc	2,43	2,43	2,43
FA	3	FA@3%	nc	2,49	2,45	2,44
	4,5	FA@4,5%	nc	2,43	2,42	2,42
	6	FA@6%	nc	2,42	2,42	2,43
CL	3	CL@3%	nc	nc	nc	nc
	4,5	CL@4,5%	nc	nc	nc	nc
	6	CL@6%	nc	2,79	nc	nc

nc = non calculé

Tableau 43. – Masse volumique sèche du remblai LRD au cours du temps de cure

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Masse volumique sèche ρ_d (g/cm ³)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
SL	3	SL@3%	nc	nc	nc	2,01
	4,5	SL@4,5%	nc	nc	2,06	2,04
	6	SL@6%	nc	2,02	2,06	2,07
CP	3	CP@3%	nc	1,93	1,93	1,93
	4,5	CP@4,5%	nc	1,98	1,99	2,00
	6	CP@6%	nc	1,98	2,00	2,01
FA	3	FA@3%	nc	1,98	1,95	1,95
	4,5	FA@4,5%	nc	1,92	1,92	1,93
	6	FA@6%	nc	1,94	1,93	1,97
CL	3	CL@3%	nc	nc	nc	nc
	4,5	CL@4,5%	nc	nc	nc	nc
	6	CL@6%	nc	2,22	nc	nc

nc = non calculé

b) Masse volumique sèche

Le Tableau 43 montre que la masse volumique sèche ne varie pas énormément non plus au cours du temps. Pour chaque durée de cure, ρ_d augmente avec le pourcentage de liant pour le ciment Portland CP, mais a tendance à diminuer avec le pourcentage de liant pour le ciment aux cendres volantes FA.

6.1.2 Propriétés hydrauliques

a) Teneur en eau massique

Le Tableau 44 montre que la teneur en eau w reste constante au cours du temps avec le liant SL (3%), mais a tendance à diminuer avec la durée de cure à 4,5 et 6%. Avec les liants CP et FA, w diminue avec le temps de cure quelque soit le pourcentage de liant. Avec le liant CL, w diminue avec le temps de cure. D'autre part, pour chaque durée de cure, w diminue globalement avec l'augmentation du pourcentage des liants SL, CP et FA, mais a tendance à augmenter avec le % pour le liant CL (hydratation des liants qui consomment l'eau).

Tableau 44. – Teneur en eau massique du remblai LRD au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Teneur en eau massique w (%)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
SL	3	SL@3%	nc	23,4	23,4	23,4
	4,5	SL@4,5%	nc	23,8	22,8	23,2
	6	SL@6%	nc	22,6	22,1	22,3
CP	3	CP@3%	nc	25,7	23,9	23,1
	4,5	CP@4,5%	nc	23,4	22,5	22,3
	6	CP@6%	nc	23,1	21,5	21,0
FA	3	FA@3%	nc	25,6	25,3	24,7
	4,5	FA@4,5%	nc	26,2	25,8	24,9
	6	FA@6%	nc	24,6	24,8	23,4
CL	3	CL@3%	24,5	24,6	24,8	24,9
	4,5	CL@4,5%	25,4	25,8	25,5	25,6
	6	CL@6%	26,5	25,7	25,6	24,9

nc = non calculé

b) Teneur en eau volumique

Le tableau 45 présente les valeurs de teneur en eau volumique θ du remblai LRD (Tableau 44). Les différentes variations au cours du temps et en fonction du pourcentage de liant sont identiques à celles observées pour la teneur en eau massique w (cf. §6.1.2a).

c) Degré de saturation

Des quelques valeurs de degré de saturation S_r que nous avons pu calculé, le Tableau 46 montre globalement une diminution de S_r avec la durée de cure pour les liants CP et FA et aux trois pourcentages de liant. Le degré de saturation diminue également avec le pourcentage de liant pour les liants CP et FA; corroborant ce qui a déjà été observé pour la teneur en eau massique (hydratation et son évolution dans le temps).

Tableau 45. – Teneur en eau volumique du remblai LRD au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	teneur en eau volumique θ			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
SL	3	SL@3%	nc	nc	nc	0,47
	4,5	SL@4,5%	nc	nc	0,47	0,47
	6	SL@6%	nc	0,46	0,46	0,46
CP	3	CP@3%	nc	0,50	0,46	0,45
	4,5	CP@4,5%	nc	0,46	0,45	0,44
	6	CP@6%	nc	0,46	0,43	0,42
FA	3	FA@3%	nc	0,51	0,49	0,48
	4,5	FA@4,5%	nc	0,50	0,50	0,48
	6	FA@6%	nc	0,48	0,48	0,46
CL	3	CL@3%	nc	nc	nc	nc
	4,5	CL@4,5%	nc	nc	nc	nc
	6	CL@6%	nc	0,57	nc	nc

nc = non calculée

Tableau 46. – Degré de saturation du remblai LRD au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Degré de saturation S_r			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
SL	3	SL@3%	nc	nc	nc	0,99
	4,5	SL@4,5%	nc	nc	1,03	1,02
	6	SL@6%	nc	0,98	1,00	1,01
CP	3	CP@3%	nc	1,01	0,94	0,90
	4,5	CP@4,5%	nc	0,96	0,94	0,94
	6	CP@6%	nc	0,95	0,91	0,90
FA	3	FA@3%	nc	1,06	1,02	1,00
	4,5	FA@4,5%	nc	1,02	1,00	0,98
	6	FA@6%	nc	0,98	0,98	0,96
CL	3	CL@3%	nc	nc	nc	nc
	4,5	CL@4,5%	nc	nc	nc	nc
	6	CL@6%	nc	1,37	nc	nc

nc = non calculé

6.1.3 Propriétés texturales

a) Indice des vides

Le Tableau 47 montre que l'indice des vides e ne varie pas avec le temps de cure pour le liant CP (3%), mais diminue par contre à 4,5%CP et 6%CP (formation des hydrates qui combleront progressivement les vides initiaux). Pour le liant FA, e augmente jusqu'à 56 jours avant de baisser après 91 jours de cure (presque stable à 3%FA). D'autre part, pour chaque durée de cure, l'indice des vides est identique à 3%CP, puis diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant CP. Avec le liant FA, e augmente avec le pourcentage de liant entre 3 et 4,5%, mais diminue entre 4,5 et 6%.

Tableau 47. – Indice des vides du remblai LRD au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Indice des vides e			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
SL	3	SL@3%	nc	nc	nc	0,89
	4,5	SL@4,5%	nc	nc	0,84	0,86
	6	SL@6%	nc	0,88	0,84	0,83
CP	3	CP@3%	nc	0,97	0,97	0,97
	4,5	CP@4,5%	nc	0,92	0,91	0,90
	6	CP@6%	nc	0,92	0,90	0,89
FA	3	FA@3%	nc	0,91	0,94	0,94
	4,5	FA@4,5%	nc	0,97	0,98	0,96
	6	FA@6%	nc	0,95	0,96	0,93
CL	3	CL@3%	nc	nc	nc	nc
	4,5	CL@4,5%	nc	nc	nc	nc
	6	CL@6%	nc	0,71	nc	nc

nc = non calculée

b) Porosité calculée

La porosité théorique n étant calculée à partir de l'indice des vides, son évolution est donc directement liée à celle de e . Le Tableau 48 montre que n est légèrement supérieure à la porosité totale au mercure nt_{Hg} (Tableau 36) parce que tous les vides du remblai ne sont pas accessibles au mercure injecté.

Tableau 48. – Porosité théorique du remblai LRD au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Porosité calculé n			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
SL	3	SL@3%	nc	nc	nc	0,47
	4,5	SL@4,5%	nc	nc	0,46	0,46
	6	SL@6%	nc	0,47	0,46	0,45
CP	3	CP@3%	nc	0,49	0,49	0,49
	4,5	CP@4,5%	nc	0,48	0,48	0,47
	6	CP@6%	nc	0,48	0,47	0,47
FA	3	FA@3%	nc	0,48	0,49	0,49
	4,5	FA@4,5%	nc	0,49	0,49	0,49
	6	FA@6%	nc	0,49	0,49	0,48
CL	3	CL@3%	nc	nc	nc	nc
	4,5	CL@4,5%	nc	nc	nc	nc
	6	CL@6%	nc	0,42	nc	nc

nc = non calculé

6.2 REMBLAI LVT**6.2.1 Masses volumiques****a) Masse volumique totale ou humique**

Le Tableau 49 montre que la masse volumique humide ρ_h a tendance à diminuer avec le temps de cure pour les liants CP et CL. Mais pour les liants FA et SL, ρ_h varie très peu avec le temps de cure.

Tableau 49. – Masse volumique humide du remblai LVT au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Masse volumique humide ρ_h (g/cm ³)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
FA	3	FA@3%	2,22	2,22	2,22	2,23
	4,5	FA@4,5%	2,24	2,22	2,22	2,21
	6	FA@6%	2,22	2,22	2,21	2,22
CP	3	CP@3%	2,22	2,22	2,21	2,22
	4,5	CP@4,5%	2,22	2,22	2,21	2,22
	6	CP@6%	2,21	2,22	2,21	2,21
SL	3	SL@3%	2,25	2,27	2,26	2,26
	4,5	SL@4,5%	2,25	2,25	2,27	2,25
	6	SL@6%	2,25	2,25	2,23	2,25
CL	3	CL@3%	2,22	2,23	2,22	2,21
	4,5	CL@4,5%	2,26	2,22	2,21	2,21
	6	CL@6%	2,19	2,21	2,20	2,21

b) Masse volumique sèche

Le Tableau 50 montre que la masse volumique sèche diminue globalement avec la durée de cure pour les liants FA, CP (légère stabilisation) et SL. Pour chaque durée de cure, ρ_d augmente avec le pourcentage de liant pour le ciment aux cendres volantes FA, le ciment Portland CP et plus ou moins le laitier SL, mais a tendance à diminuer avec le pourcentage de liant pour le ciment au laitier CL.

Tableau 50. – Masse volumique sèche du remblai LVT au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Masse volumique sèche ρ_d (g/cm ³)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
FA	3	FA@3%	1,78	1,78	1,77	1,78
	4,5	FA@4,5%	1,80	1,79	1,78	1,78
	6	FA@6%	1,80	1,80	1,78	1,79
CP	3	CP@3%	1,77	1,79	1,77	1,77
	4,5	CP@4,5%	1,78	1,79	1,78	1,78
	6	CP@6%	1,79	1,80	1,79	1,79
SL	3	SL@3%	1,81	1,83	1,82	1,81
	4,5	SL@4,5%	1,81	1,82	1,83	1,81
	6	SL@6%	1,81	1,83	1,81	1,82
CL	3	CL@3%	1,78	1,79	1,80	1,79
	4,5	CL@4,5%	1,80	1,78	1,79	1,79
	6	CL@6%	1,75	1,78	1,77	1,79

6.2.2 Propriétés hydrauliques

a) Teneur en eau massique

Le Tableau 51 montre que la teneur en eau w augmente légèrement avec la durée de cure pour les liants CP et SL, mais diminue très nettement avec le temps de cure pour le liant CL. Pour le liant FA la teneur en eau varie de façon irrégulière avec le temps de cure. D'autre part, pour chaque durée de cure, w diminue très nettement avec l'augmentation du pourcentage des liants FA, CP et SL, mais a tendance à augmenter avec le pourcentage de liant pour le ciment au laitier CL.

Tableau 51. – Teneur en eau massique du remblai LVT au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Teneur en eau massique w (%)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
FA	3	FA@3%	25,0	24,6	25,6	25,0
	4,5	FA@4,5%	24,4	24,1	24,6	24,3
	6	FA@6%	23,8	23,4	24,0	23,7
CP	3	CP@3%	25,3	24,4	25,0	25,4
	4,5	CP@4,5%	24,4	23,9	24,3	24,6
	6	CP@6%	23,8	23,1	23,4	23,5
SL	3	SL@3%	24,4	23,8	24,3	24,3
	4,5	SL@4,5%	24,4	23,8	23,6	23,9
	6	SL@6%	24,2	23,0	23,4	23,5
CL	3	CL@3%	24,8	24,2	23,8	23,5
	4,5	CL@4,5%	25,2	24,3	23,9	23,4
	6	CL@6%	25,3	24,3	24,0	23,6

b) Teneur en eau volumique

Le tableau 52 présente les valeurs de teneur en eau volumique θ du remblai LVT (Tableau 51). Les différentes variations au cours du temps et en fonction du pourcentage de liant sont identiques à celles observées pour la teneur en eau massique w (cf. §6.2.2a).

Tableau 52. – Teneur en eau volumique du remblai LVT au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Teneur en eau volumique θ			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
FA	3	FA@3%	0,44	0,44	0,45	0,45
	4,5	FA@4,5%	0,44	0,43	0,44	0,43
	6	FA@6%	0,43	0,42	0,43	0,42
CP	3	CP@3%	0,45	0,44	0,44	0,45
	4,5	CP@4,5%	0,44	0,43	0,43	0,44
	6	CP@6%	0,43	0,42	0,42	0,42
SL	3	SL@3%	0,44	0,44	0,44	0,44
	4,5	SL@4,5%	0,44	0,43	0,43	0,43
	6	SL@6%	0,44	0,42	0,42	0,43
CL	3	CL@3%	0,44	0,43	0,43	0,42
	4,5	CL@4,5%	0,45	0,43	0,43	0,42
	6	CL@6%	0,44	0,43	0,43	0,42

c) Degré de saturation

Le Tableau 53 montre que pour toutes les durées de cure, le degré de saturation diminue nettement avec le pourcentage de liant pour les liants FA, CP, SL et CL. On note aussi que S_r a tendance à augmenter avec la durée de cure pour le liant CP mais varie de façon irrégulière pour le liant FA.

Tableau 53. – Degré de saturation du remblai LVT au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Degré de saturation S_r			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
FA	3	FA@3%	0,96	0,95	0,97	0,96
	4,5	FA@4,5%	0,96	0,94	0,95	0,93
	6	FA@6%	0,93	0,92	0,93	0,93
CP	3	CP@3%	0,96	0,95	0,95	0,97
	4,5	CP@4,5%	0,94	0,93	0,94	0,95
	6	CP@6%	0,92	0,91	0,92	0,91
SL	3	SL@3%	0,97	0,98	0,98	0,97
	4,5	SL@4,5%	0,97	0,96	0,97	0,96
	6	SL@6%	0,96	0,94	0,93	0,95
CL	3	CL@3%	0,96	0,95	0,93	0,91
	4,5	CL@4,5%	1,00	0,94	0,93	0,91
	6	CL@6%	0,94	0,93	0,92	0,92

6.2.3 Propriétés texturales

a) Indice des vides

Le Tableau 54 présente les valeurs de l'indice des vides e du remblai LVT. Ces résultats montrent que l'indice des vides ne varie pratiquement pas avec la durée de cure et ce pour les trois types de liant.

Tableau 54. – Indice des vides du remblai LVT au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Indice des vides e			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
FA	3	FA@3%	0,9	0,9	0,9	0,9
	4,5	FA@4,5%	0,8	0,9	0,9	0,9
	6	FA@6%	0,8	0,8	0,9	0,9
CP	3	CP@3%	0,9	0,9	0,9	0,9
	4,5	CP@4,5%	0,9	0,9	0,9	0,9
	6	CP@6%	0,9	0,8	0,9	0,9
SL	3	SL@3%	0,8	0,8	0,8	0,8
	4,5	SL@4,5%	0,8	0,8	0,8	0,8
	6	SL@6%	0,8	0,8	0,8	0,8
CL	3	CL@3%	0,9	0,9	0,8	0,9
	4,5	CL@4,5%	0,8	0,9	0,9	0,9
	6	CL@6%	0,9	0,9	0,9	0,9

b) Porosité calculée

Le Tableau 55 montre que la porosité théorique n ne varie pas non plus avec la durée de cure pour les liants FA, CP, SL et CL.

Tableau 55. – Porosité théorique du remblai LVT au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Porosité calculé n			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
FA	3	FA@3%	0,46	0,46	0,47	0,46
	4,5	FA@4,5%	0,46	0,46	0,46	0,46
	6	FA@6%	0,46	0,46	0,46	0,46
CP	3	CP@3%	0,46	0,46	0,47	0,47
	4,5	CP@4,5%	0,46	0,46	0,46	0,46
	6	CP@6%	0,46	0,46	0,46	0,46
SL	3	SL@3%	0,45	0,45	0,45	0,45
	4,5	SL@4,5%	0,45	0,45	0,45	0,45
	6	SL@6%	0,45	0,45	0,45	0,45
CL	3	CL@3%	0,46	0,46	0,46	0,46
	4,5	CL@4,5%	0,46	0,46	0,46	0,46
	6	CL@6%	0,47	0,46	0,46	0,46

6.3 REMBLAI HML

6.3.1 Masses volumiques

a) Masse volumique totale ou humide

Le Tableau 56 montre que la masse volumique humide varie très peu et de manière irrégulière avec le temps de cure.

Tableau 56. – Masse volumique humide du remblai HML au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Masse volumique humide ρ_h (g/cm ³)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
CP	3	CP@3%	1,95	1,94	1,95	1,95
	4,5	CP@4,5%	1,95	1,95	1,96	1,96
	6	CP@6%	1,96	1,96	1,96	1,95
FA	3	FA@3%	1,94	1,95	1,95	1,96
	4,5	FA@4,5%	1,96	1,96	1,96	1,97
	6	FA@6%	1,96	1,96	1,96	1,97
CL	3	CL@3%	1,92	1,92	1,93	1,93
	4,5	CL@4,5%	1,96	1,96	1,94	1,96
	6	CL@6%	1,95	1,96	1,96	1,96

b) Masse volumique sèche

Le Tableau 57 montre que la masse volumique sèche ρ_d augmente en général avec le pourcentage de liant pour les trois types de liant CP, FA et CL.

Tableau 57. – Masse volumique sèche du remblai HML au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Masse volumique sèche ρ_d (g/cm ³)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
CP	3	CP@3%	1,47	1,46	1,47	1,48
	4,5	CP@4,5%	1,47	1,48	1,50	1,50
	6	CP@6%	1,49	1,49	1,50	1,49
FA	3	FA@3%	1,46	1,47	1,46	1,46
	4,5	FA@4,5%	1,48	1,48	1,48	1,49
	6	FA@6%	1,48	1,48	1,49	1,49
CL	3	CL@3%	1,46	1,46	1,45	1,47
	4,5	CL@4,5%	1,49	1,48	1,47	1,48
	6	CL@6%	1,48	1,48	1,48	1,53

6.3.2 Propriétés hydrauliques

a) Teneur en eau massique

Le Tableau 58 montre que la teneur en eau w diminue légèrement avec la durée de cure pour le liant CP, mais augmente puis diminue après 91 jours de cure pour les liants FA et CL. D'autre part, après chaque temps de cure, w diminue nettement avec l'augmentation du pourcentage des liants CP et FA, mais a tendance à augmenter avec le pourcentage de liant pour le ciment au laitier CL.

Tableau 58. – Teneur en eau massique du remblai HML au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Teneur en eau massique w (%)			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
CP	3	CP@3%	32,7	32,5	32,7	32,2
	4,5	CP@4,5%	32,2	31,8	31,2	31,0
	6	CP@6%	31,4	31,4	31,1	30,7
FA	3	FA@3%	33,3	33,3	33,7	33,5
	4,5	FA@4,5%	32,1	32,4	32,5	32,1
	6	FA@6%	32,2	32,5	32,2	32,2
CL	3	CL@3%	31,6	31,8	33,2	31,4
	4,5	CL@4,5%	32,2	32,2	32,1	32,1
	6	CL@6%	32,3	32,4	32,4	28,0

Tableau 59. – Teneur en eau volumique du remblai HML au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Teneur en eau volumique θ			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
CP	3	CP@3%	0,48	0,48	0,48	0,48
	4,5	CP@4,5%	0,47	0,47	0,47	0,46
	6	CP@6%	0,47	0,47	0,47	0,46
FA	3	FA@3%	0,49	0,49	0,49	0,49
	4,5	FA@4,5%	0,48	0,48	0,48	0,48
	6	FA@6%	0,48	0,48	0,48	0,48
CL	3	CL@3%	0,46	0,46	0,48	0,46
	4,5	CL@4,5%	0,48	0,48	0,47	0,48
	6	CL@6%	0,48	0,48	0,48	0,43

b) Teneur en eau volumique

Le tableau 59 (ci-dessus) présente les valeurs de teneur en eau volumique θ du remblai HML, déduites à partir de la géométrie des éprouvettes et des valeurs de teneur en eau massique (Tableau 58). Les différentes variations au cours du temps et en fonction du pourcentage de liant sont identiques à celles observées pour la teneur en eau massique w (cf. §6.3.2a).

c) Degré de saturation

Le Tableau 60 montre que le degré de saturation S_r du remblai HML varie très légèrement avec la durée de cure pour les trois types de liant utilisés. En effet, le degré de saturation diminue légèrement avec le pourcentage de liant pour les liants CP et FA, mais a tendance à augmenter avec le pourcentage de liant CL.

Tableau 60. – Degré de saturation du remblai HML au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Degré de saturation S_r			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
CP	3	CP@3%	0,97	0,96	0,97	0,96
	4,5	CP@4,5%	0,96	0,96	0,96	0,96
	6	CP@6%	0,96	0,96	0,96	0,94
FA	3	FA@3%	0,97	0,98	0,98	0,99
	4,5	FA@4,5%	0,97	0,97	0,98	0,98
	6	FA@6%	0,97	0,98	0,98	0,98
CL	3	CL@3%	0,93	0,93	0,95	0,94
	4,5	CL@4,5%	0,97	0,98	0,95	0,97
	6	CL@6%	0,97	0,97	0,98	0,91

6.3.3 Propriétés texturales

a) Indice des vides

Le Tableau 61 montre que l'indice des vides e du remblai HML ne varie presque pas avec la durée de cure et ce pour les trois types de liant utilisés.

Tableau 61. – Indice des vides du remblai HML au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Indice des vides e			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
CP	3	CP@3%	0,99	0,99	0,99	0,97
	4,5	CP@4,5%	0,98	0,97	0,95	0,94
	6	CP@6%	0,96	0,95	0,95	0,95
FA	3	FA@3%	1,00	0,99	1,00	0,99
	4,5	FA@4,5%	0,97	0,97	0,97	0,96
	6	FA@6%	0,97	0,97	0,96	0,96
CL	3	CL@3%	0,99	1,00	1,01	0,98
	4,5	CL@4,5%	0,96	0,96	0,98	0,96
	6	CL@6%	0,97	0,97	0,97	0,90

b) Porosité calculée

Le Tableau 62 montre que la porosité théorique n ne varie presque pas avec le temps de cure pour les liants CP et FA. Pour le liant CL, n reste stable avec la durée de cure avant de diminuer légèrement après 91 jours de cure. D'autre part, pour chaque durée de cure, la porosité n diminue globalement avec le pourcentage de liant et ce pour tous les trois types de liant CP, FA et CL. La porosité calculée reste plus élevée que la porosité totale au mercure.

Tableau 62. – Porosité théorique du remblai HML au cours du temps

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Porosité calculé n			
			14 jours	28 jours	56 jours	91 jours
CP	3	CP@3%	0,50	0,50	0,50	0,49
	4,5	CP@4,5%	0,49	0,49	0,49	0,49
	6	CP@6%	0,49	0,49	0,49	0,49
FA	3	FA@3%	0,50	0,50	0,50	0,50
	4,5	FA@4,5%	0,49	0,49	0,49	0,49
	6	FA@6%	0,49	0,49	0,49	0,49
CL	3	CL@3%	0,50	0,50	0,50	0,49
	4,5	CL@4,5%	0,49	0,49	0,50	0,49
	6	CL@6%	0,49	0,49	0,49	0,47

7. RÉSULTATS DE LA CARACTÉRISATION MÉCANIQUE

La caractérisation mécanique concerne essentiellement les essais de compression uniaxiale et les essais de compression triaxiale réalisés sur les moules de remblai correspondant aux différentes recettes de mélange élaborées dans le cadre de ce projet. Les essais de compression uniaxiale permettront d'obtenir la résistance à la compression simple UCS des éprouvettes de remblai. Par contre les essais de compression triaxiale permettront d'obtenir les paramètres du critère de rupture des éprouvettes de remblai qui sont la cohésion c , exprimée en kPa, et l'angle de frottement ϕ , exprimé en degré.

7.1 RÉSULTATS DES ESSAIS DE COMPRESSION UNIAXIALE

L'essai de compression uniaxiale permet d'obtenir la valeur de la résistance en compression simple ou uniaxiale UCS de l'éprouvette de remblai. La valeur de UCS n'est pas une caractéristique intrinsèque du remblai puisqu'elle est influencée par la taille de l'éprouvette, sa géométrie et les conditions d'essai. Par conséquent, chaque valeur de UCS est une moyenne de trois valeurs correspondant à trois essais systématiques. L'acquisition de la résistance au cours du temps de cure (vitesse d'hydratation du ciment) dépend à la fois du type de liant utilisé et de son pourcentage sans oublier l'effet du type de résidu (chimie et granulométrie) et la chimie de l'eau de gâchage. Les différents résultats sont présentés dans le corps du texte sous forme de tableaux (Tableau 63 à 68) et sous forme de graphiques en annexe (Annexes O, P, Q).

7.1.1 Remblai LRD

Les données du Tableau 63 montrent que pour tous les remblais fabriqués avec les quatre types de liant (SL, CP, FA, CL), UCS a été estimé inférieur à 10 kPa après 14 jours de cure (matrice très molle semblable à une argile). À partir de 28 jours de cure et au-delà, UCS augmente sensiblement avec la durée de cure seulement pour les liants CP et FA. Presque aucune résistance n'a été acquise avec le laitier SL et le ciment au laitier CL. Pour chaque durée de cure, UCS augmente quasi linéairement avec le pourcentage du liant CP et du ciment aux cendres FA et ceci à partir de 28 jours de cure et au-delà de 91 jours de cure. Le liant CP offre des meilleures résistances que le liant FA.

Tableau 63. – Résistance UCS du remblai LRD en fonction de la durée de cure

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Résistance à la compression uniaxiale UCS (kPa)			
			14 j	28 j	56 j	91 j
SL	3	SL@3%	< 10	< 10	< 10	< 10
	4,5	SL@4,5%	< 10	< 10	< 10	< 10
	6	SL@6%	< 10	< 10	< 10	< 10
CP	3	CP@3%	< 10	19	500	622
	4,5	CP@4,5%	< 10	784	894	1086
	6	CP@6%	< 10	1444	1586	1947
FA	3	FA@3%	< 10	< 10	90	165
	4,5	FA@4,5%	< 10	81	378	465
	6	FA@6%	< 10	642	995	1126
CL	3	CL@3%	< 10	< 10	< 10	< 10
	4,5	CL@4,5%	< 10	< 10	< 10	< 10
	6	CL@6%	< 10	< 10	< 10	< 10

7.1.2 Remblai LVT

Les données du Tableau 64 montrent que mise à part la recette avec le ciment au laitier CL (à 3 et 4,5%wt) pour laquelle UCS a été estimé inférieur à 10 kPa après 14 jours de cure, pour les recettes avec les trois autres types de liant (FA, CP et SL) UCS est toujours supérieur à 10 kPa.

À partir de 28 jours de cure, UCS augmente significativement avec la durée de cure selon le type de liant et pour les trois pourcentage de liant. On peut donc dire que le liant CL a un temps d'hydratation plus lent que les trois autres types de liant (FA, CP et SL). Ce temps d'hydratation semble dépendre du pourcentage de liant. Pour chaque durée de cure, UCS augmente linéairement avec le pourcentage de liant et ceci à partir de 14 jours de cure et au-delà de 91 jours de cure. D'autre part, ces résultats montrent clairement que les liants CP et FA présentent des performances similaires et ce pour les trois pourcentages utilisés. On note par ailleurs que le liant CL semble meilleur que le liant SL à 3%, que les liants CL et SL ont la même performance à 4,5% mais que le liant SL devient meilleur que le liant CL à 6%. Le CL offre de faibles résistances à court terme

Tableau 64. – Résistance UCS du remblai LVT en fonction de la durée de cure

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Résistance à la compression uniaxiale UCS (kPa)			
			14 j	28 j	56 j	91 j
FA	3	FA@3%	113	152	157	146
	4,5	FA@4,5%	373	474	517	500
	6	FA@6%	695	967	1009	979
CP	3	CP@3%	186	204	229	210
	4,5	CP@4,5%	353	399	435	454
	6	CP@6%	614	737	726	809
SL	3	SL@3%	27	581	918	620
	4,5	SL@4,5%	205	1570	2195	2308
	6	SL@6%	700	2906	3622	3951
CL	3	CL@3%	< 10	208	1071	1131
	4,5	CL@4,5%	< 10	408	2076	2305
	6	CL@6%	195	1521	2826	3302

7.1.3 Remblai HML

Les données du Tableau 65 montrent que pour les trois recettes avec les trois types de liant (CP, FA et CL) UCS est toujours supérieur à 10 kPa après 14 jours de cure. À partir de 28 jours de cure et au-delà, UCS augmente sensiblement avec la durée de cure selon le type de liant et pour les trois pourcentage de liant. Pour chaque durée de cure, UCS augmente quasi linéairement avec le pourcentage des liants CP et FA, mais non linéairement avec le pourcentage du liant CL et ceci à partir de 14 jours de cure et au-delà de 91 jours de cure.

Ces résultats montrent également que les liants CP et FA présentent des performances très proches, et ce pour les trois pourcentages utilisés. On note surtout que le liant CL est significativement meilleure que les liants CP et FA avec les pourcentages de 3% et 4,5%, mais encore beaucoup plus performant avec un pourcentage de 6%.

Tableau 65. – Résistance UCS du remblai HML en fonction de la durée de cure

Nom liant	Pourcentage liant (%)	Nom échantillon	Résistance à la compression uniaxiale UCS (kPa)			
			14 j	28 j	56 j	91 j
CP	3	CP@3%	153	188	234	293
	4,5	CP@4,5%	230	323	413	433
	6	CP@6%	388	456	529	621
FA	3	FA@3%	156	190	241	258
	4,5	FA@4,5%	306	425	573	660
	6	FA@6%	367	501	642	761
CL	3	CL@3%	415	569	760	774
	4,5	CL@4,5%	698	886	1136	1222
	6	CL@6%	1569	2008	2535	2851

La Figure 16 permet de visualiser l'ensemble des résultats des essais de compression uniaxiale, c'est-à-dire les valeurs de la résistance à la compression uniaxiale UCS des trois remblais en pâte (LRD, LVT et HML) pour chaque type de liant (CP, FA, CL et SL) et pour chaque pourcentage (3%, 4,5% et 6%) en fonction de la durée de cure (14, 28, 56 et 91 jours).

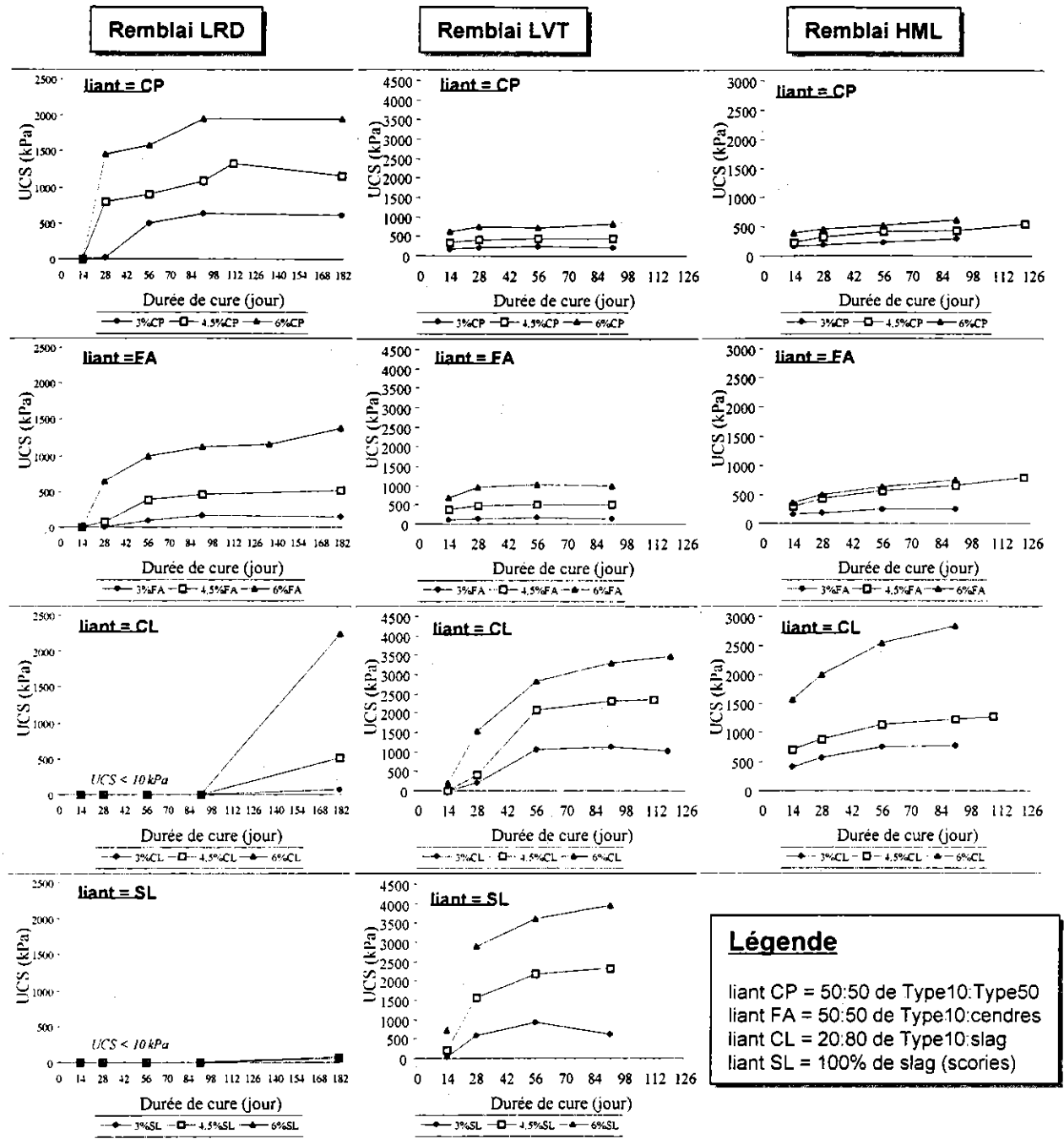


Figure 16. Évolution de UCS des 3 remblais pour chaque type de liant en fonction de la cure

On note sur cette figure le mode d'acquisition de la résistance mécanique (par le remblai) en fonction du type de liant (ciments Portland, ciments aux cendres volantes et ciments aux scories). D'autre part, pour chaque type de liant on peut observer l'influence du type de résidu (peu sulfureux, moyennement sulfureux, très sulfureux) sur l'acquisition de la résistance mécanique et par conséquent sur le mode d'hydratation des liants utilisés.

7.1.4 Choix des recettes optimales

Le choix d'une recette optimale pour un résidu donné doit reposer à la fois sur la résistance à court terme (entre 0 et 28 jours de cure) et à long terme (au delà de 90 jours de cure au moins) du remblai en pâte. Ces deux propriétés mécaniques vont déterminer les conditions de remblayage et la durée de vie du remblai en pâte. En effet, lorsque la cavité doit être remblayée en plusieurs séquences espacées dans le temps, on devrait s'assurer à ne pas briser d'éventuels liens de cimentation dans la pâte de remblai entre deux séquences de remblayage. Dans une telle configuration, le liant doit être choisi de sorte qu'il ne confère presque ou pas de résistance mécanique à court terme. Au contraire lorsque le remblayage est effectuée en une seule séquence (pour diverses raisons), le liant devrait pouvoir conférer à la pâte de remblai une résistance significative à court terme (700 kPa – 1000 kPa) et favoriser la stabilité de cette résistance à long terme. Ceci est d'une très grande importance dans le design des barricades (Ouellet, projet IRSST).

La recette optimale doit également tenir compte du coût des opérations de remblayage, c'est-à-dire un remblai en pâte ayant une bonne résistance à long terme (par exemple) et à moindre coût. Nous savons par ailleurs que les opérateurs miniers sont prêts à investir 1\$ Canadien par tonne de résidu (Hassani et Archibald, 1998); ce qui équivaudrait à des pourcentages de liant variant entre 3%wt et 7%wt. En fonction de ces critères, nous allons faire le choix d'une recette optimale pour chacun des trois résidus étudiés.

a) Résidu LRD

Le Tableau 63 permet de voir que pour chaque pourcentage de liant, seuls les liants CP (à 3%, 4,5% et 6%) et FA (à 4,5% et 6%) confèrent une résistance significative au remblai après 28 jours de cure. On peut aussi noter pour le résidu LRD, qu'à faible pourcentage de liant (3%) l'hydratation des liants CP et FA est plus lente qu'à fort pourcentage (6%). Bien évidemment, UCS est plus élevé à fort pourcentage (6%) qu'à faible pourcentage (3%). D'autre part, les plus fortes résistances UCS sont obtenues avec le liant CP.

Des résultats d'essais de compression uniaxiale après 182 jours de cure (comportement à long terme) nous ont montré que UCS a tendance à se stabiliser au delà de 91 jours de cure (cf. Annexe O1). Ces mêmes résultats montrent que le liant SL ne confère pas de résistance significative à long terme tandis que le ciment au laitier CL le fait mais à 4,5% et 6%wt.

La **recette optimale** pour le **résidu LRD** devra donc être le mélange à **4,5%wt du liant CP** (50% de ciment Portland type 10 et 50% de ciment Portland type 50). Avec une telle recette on est sûr d'atteindre un UCS d'au moins 1 MPa à partir de 90 jours.

Si l'on veut obtenir cette même résistance après une durée de cure minimale de 28 jours (cas des bouchons), alors le pourcentage du liant CP doit être augmenté à 6%. La deuxième recette optimale serait un mélange à 6%wt du liant FA (50% de ciment Portland type 10 et 50% de cendres volantes ou fly ash).

b) Résidu LVT

Les données du Tableau 64 montrent bien que le liant CL semble avoir une vitesse de réaction plus lente que les trois autres liants utilisés. Mais en se fixant une résistance à court terme de l'ordre de 700-800 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 1000 kPa, l'on constate que seuls les liants SL et CL permettent d'atteindre ces objectifs dans la gamme de pourcentage de liant 4,5%-6% (cf Annexe P2). Mais ces deux liants confèrent au remblai à peu près la même résistance à long terme. Par conséquent, la **recette optimale** pour le **résidu LVT** pourrait donc être le mélange à **4,5%wt** du **liant CL** (20% de ciment Portland type 10 et 80% de laitier de haut fourneau) qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 410 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 2,3 MPa.

N'eût été les raisons économiques, la recette optimale serait un mélange à 4,5%wt du liant SL (100% de laitier de haut fourneau) qui permet d'atteindre une résistance UCS à court terme de l'ordre de 1,6 MPa et une résistance à long terme de l'ordre de 2,3 MPa également. Mais dans des régions où le laitier n'est pas cher, le liant SL serait l'idéal pour un résidu contenant environ 16% de soufre et ayant une granulométrie, une densité et une surface spécifique semblables à celles du résidu LVT.

c) Résidu HML

Les données du Tableau 65 montrent bien que les liants CP et FA présentent la même vitesse d'hydratation mais qui est inférieure à celle du liant CL quelque soit le pourcentage de liant. En se fixant la même gamme de résistance à court terme de 700-800 kPa et à long terme de l'ordre de 1000 kPa, l'on constate que seul le liant CL permet d'atteindre cet objectif dans la gamme de pourcentage de liant 4,5%-6% (cf Annexe Q2).

Par conséquent, la **recette optimale** pour le **résidu HML** devra être le mélange à **4,5%wt** du **liant CL** (20% de ciment Portland type 10 et 80% de laitier de haut fourneau) qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 890 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 1,2 MPa.

7.2 RÉSULTATS DES ESSAIS DE COMPRESSION TRIAXIALE

Compte tenu de la durée d'un essai de compression triaxiale et du nombre d'essais à réaliser, nous avons opté d'effectuer les essais de compression triaxiale seulement sur les échantillons des recettes optimales. Par conséquent, les essais de compression triaxiale ont été effectués pour

- le remblai LRD, sur les échantillons à 4,5% du liant CP et à 6% du liant FA,
- le remblai LVT, sur les échantillons à 4,5% du liant CL,
- le remblai HML, sur les échantillons à 4,5% du liant CL.

Pour chacun de ces remblais optimisés, plusieurs essais ont été effectués à différentes pressions de confinement (ou pression de la cellule triaxiale). Le choix des gammes de confinement à appliquer repose sur le critère du rapport de contraintes $K_0 = \sigma_3 / \sigma_1$, qui doit varier entre 0,5 et 0,9, σ_1 étant obtenu à partir d'un essai de compression uniaxiale sur une des éprouvettes.

En effet, lorsque ce rapport vaut 1 l'éprouvette d'échantillon pourrait être broyée ou fortement endommagée. Tous les essais de compression triaxiale effectués sont des essais consolidés drainés, mais les courbes de déformation volumique n'ont pas été enregistrées au cours des essais dû aux très faibles variations de volume. Les confinements choisis sont pour le :

- remblai LRD : $\sigma_3 = 200, 400, 600$ et 800 kPa pour les éprouvettes à 4,5% du liant CL et à 6% du liant FA,
- remblai LVT : $\sigma_3 = 250$ et 500 kPa pour les éprouvettes à 3% CL; $\sigma_3 = 600$ et 1200 kPa pour les éprouvettes à 4,5% CL; $\sigma_3 = 700$ et 1600 kPa pour les éprouvettes à 6% CL,
- remblai HML : $\sigma_3 = 400, 600$ et 800 kPa pour les éprouvettes à 4,5% CL; $\sigma_3 = 125$ et 250 pour les éprouvettes à 4,5% CP; $\sigma_3 = 150$ et 300 kPa à 4,5% FA.

Ces confinements ont été choisis en respectant un rapport σ_1/σ_3 variant entre 2,8 et 8. Les résultats des essais sont présentés sous forme de courbes de contrainte-déformation dans le corps du texte.

7.2.1 Contrainte-déformation du remblai LRD

La Figure 17 présente les quatre courbes de compression triaxiale ($\sigma_3 = 200, 400, 600$ et 800) et la courbe de compression uniaxiale des éprouvettes de remblai LRD à 4,5% CP. La courbe de compression uniaxiale ($\sigma_3 = 0$) montre un comportement fragile de cette recette de remblai avec une résistance UCS de 1314 kPa. Par contre les courbes de compression triaxiale ne semblent pas montrer une influence notable des confinements se traduisant par un déviateur de contrainte inférieur à UCS pour $\sigma_3 = 200, 400$ et 600 kPa et légèrement supérieur à UCS pour $\sigma_3 = 800$ kPa.

D'autre part, les courbes des essais à $\sigma_3 = 200$ et 800 kPa présentent clairement un comportement élasto-plastique. Par contre les courbes des essais à $\sigma_3 = 400$ et 600 kPa présentent un pic suivi d'un écrouissage correspondant au cisaillement des éprouvettes. Mais le fait que les courbes de compression triaxiale présentent des pics très proches de la valeur de UCS nous a conduit à effectuer d'autres essais de compression triaxiale sur d'autres éprouvettes fabriquées avec le liant FA.

Notre choix s'était porté sur les éprouvettes à 6% du liant FA pour être sûr que les confinements choisis n'étaient pas susceptibles de briser les liens de cimentation avant le terme de l'essai (cf. Mitchell et Wong 1982). La même gamme de confinements que pour les essais sur les éprouvettes à 4,5% du liant CP a été choisie pour cette série d'essais.

La Figure 18 présente les courbes de ces essais. Là également la courbe de compression uniaxiale ($\sigma_3 = 0$) présente un comportement fragile du remblai en pâte faite avec 6% du liant FA. Les courbes de compression triaxiale présentent un comportement différent de celui de la Figure 17. On note surtout l'influence très nette du confinement appliqué, marquée par des pics à la rupture dont la valeur est toujours supérieure à la valeur de UCS qui est de 1146 kPa. Ces courbes montrent qu'après la phase de déformation élastique, les éprouvettes de remblai subissent une longue phase de déformation irréversible avec un accroissement progressif du déviateur de contrainte jusqu'à la rupture (ou cisaillement) de l'éprouvette.

Nous pensons que cette phase de déformation irréversible correspond à l'endommagement du remblai, se traduisant par l'apparition de micro-fissures (brisure des liens de cimentation) qui se connectent de plus en plus jusqu'à la coalescence. Les valeurs des contraintes principales pour les différents essais sont résumées dans le Tableau 66.

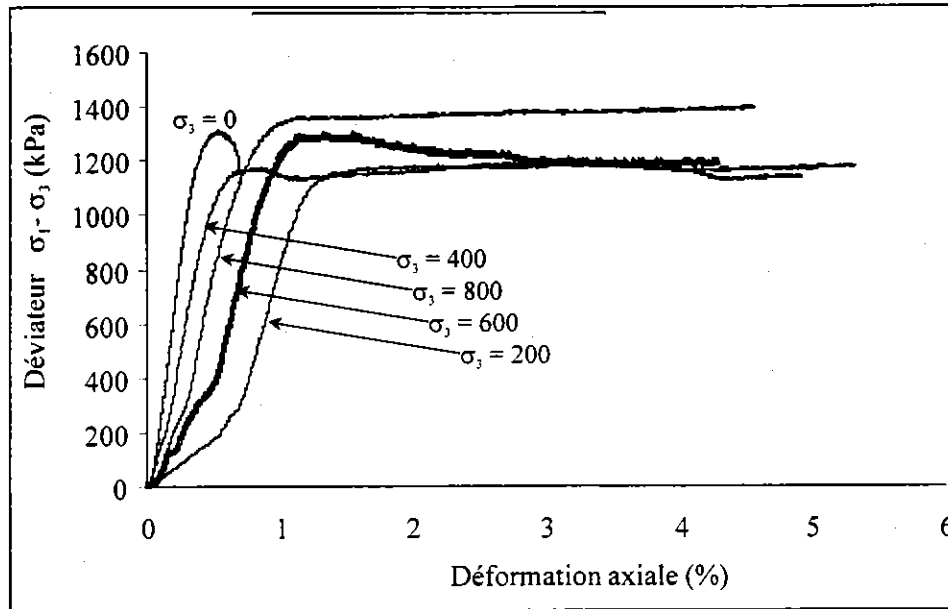


Figure 17. Courbes contrainte - déformation du remblai LRD à 4,5% CP

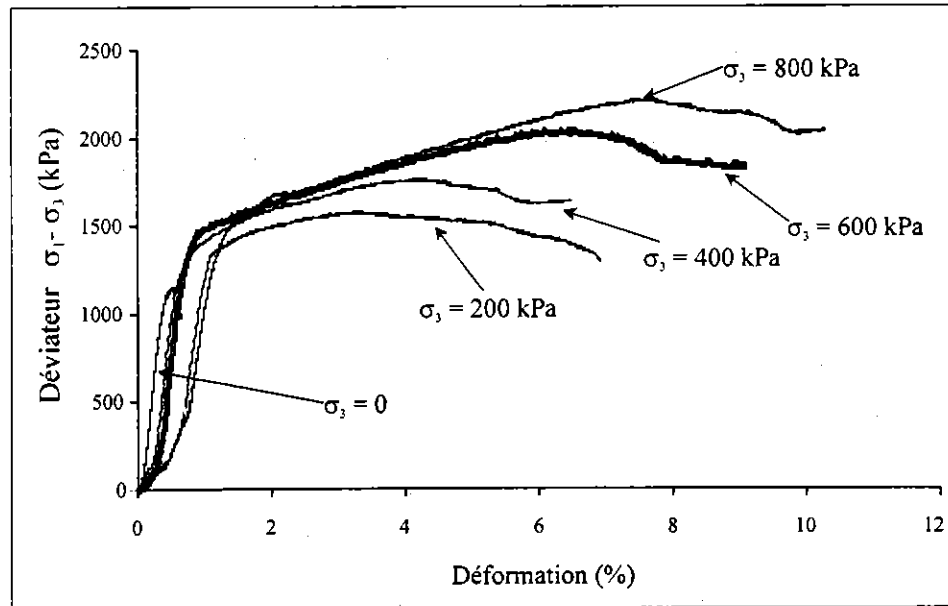


Figure 18. Courbes contrainte - déformation du remblai LRD à 6% FA

Tableau 66– Contraintes principales de l'ensemble des essais sur le remblai LRD

Numéro essai	4,5% du liant CL			6% du liant FA		
	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)
#1	0	1314	1314	0	1146	1146
#2	200	1189	1389	200	1579	1779
#3	400	1205	1605	400	1766	2166
#4	600	1296	1896	600	2040	2640
#5	800	1402	2202	800	2216	3016

7.2.2 Contrainte-déformation du remblai LVT

La Figure 19 présente les deux courbes de compression triaxiale à $\sigma_3 = 600$ et 1200 kPa ainsi que la courbe de compression uniaxiale. La courbe UCS ($\sigma_3 = 0$) montre à nouveau un comportement fragile du remblai LVT à 4,5% du liant CL. Les courbes de compression triaxiale présentent une faible influence du confinement sur le comportement contrainte-déformation de cette recette de remblai. À $\sigma_3 = 600$ kPa, le comportement de ce remblai est élasto-plastique, mais ne l'est plus quand on double ce confinement ($\sigma_3 = 1200$ kPa). Les valeurs des contraintes principales pour les différents essais sont présentées dans le Tableau 67.

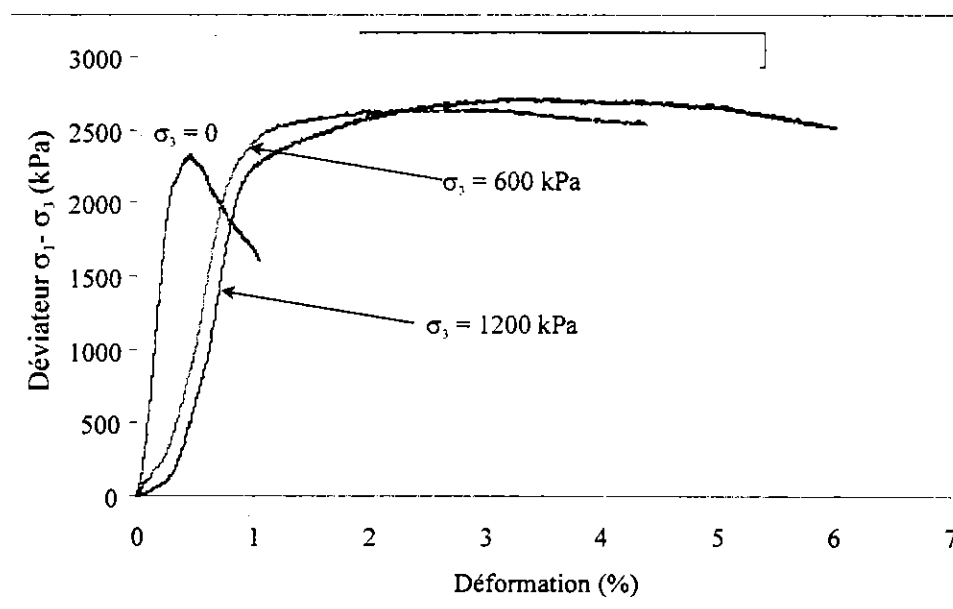


Figure 19. Courbes contrainte - déformation du remblai LVT à 4,5% CL

Tableau 67 – Contraintes principales de l'ensemble des essais sur le remblai LVT

Numéro essai	3% du liant CL			4,5% du liant CL			6% du liant CL		
	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)
#1	0	1012	1012	0	2325	2325	0	3456	3456
#2	250	1230	1480	600	2647	3247	700	3730	4430
#3	500	1337	1837	1200	2717	3917	1600	3668	5268

7.2.3 Contrainte-déformation du remblai HML

La Figure 20 présente la courbe UCS ($\sigma_3 = 0$) et les trois courbes de compression triaxiale. La courbe UCS montre que le remblai HML à 4,5% du liant CL présente un comportement fragile. Là également, les courbes de compression triaxiale présente une faible influence du confinement sur le comportement mécanique de ce type de remblai.

Le comportement global contrainte - déformation du remblai HML à 4,5% du liant CL est plus ou moins élasto-plastique. Les valeurs des contraintes principales pour les différents essais sont résumées dans le Tableau 68.

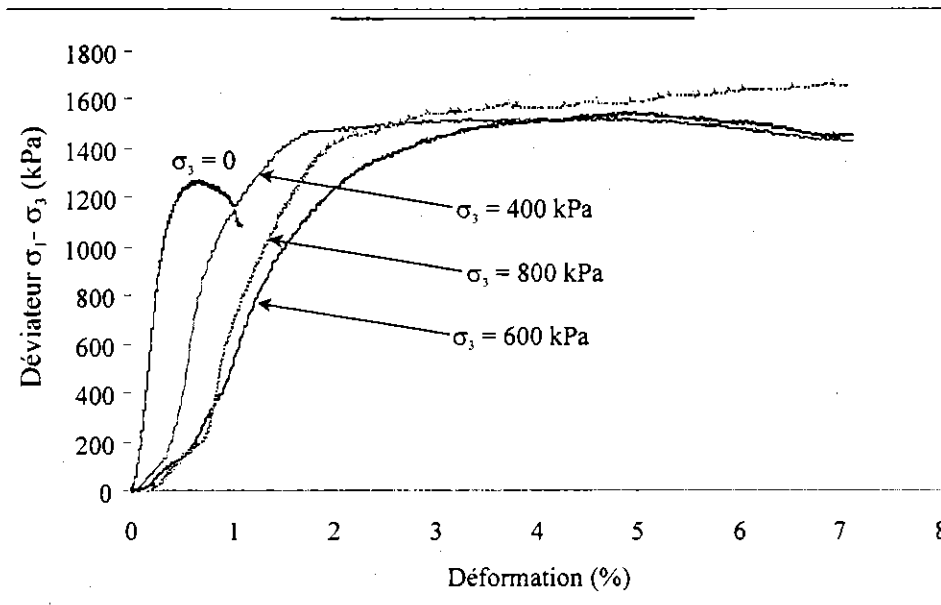


Figure 20. Courbes contrainte - déformation du remblai HML à 4,5% CL

Tableau 68 – Contraintes principales de l'ensembles des essais sur le remblai HML

Numéro essai	4,5% du liant CL			4,5% du liant CP			4,5% du liant FA		
	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)	σ_3 (kPa)	$\sigma_1 - \sigma_3$ (kPa)	σ_1 (kPa)
#1	0	1273	1273	0	534	534	0	787	787
#2	400	1525	1925	125	729	854	150	1053	1203
#3	600	1550	2150	250	975	1225	300	1254	1554
#4	800	1675	2475	-	-	-	-	-	-

7.3 ANALYSE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES TROIS REMBLAIS

L'analyse du comportement mécanique du remblai en pâte se résumera à l'analyse de l'acquisition de la résistance mécanique en fonction du type de résidu (donc de la teneur en soufre et la chimie de l'eau de gâchage), du type de liant et de sa proportion, le choix du critère de rupture et du calcul des paramètres intrinsèques (c et ϕ).

7.3.1 Résistance mécanique en fonction du type de résidu

Nous avons vu que les différents types de liant utilisés (CP, FA, CL, SL) ne conféraient pas de résistance mécanique (ou de cohésion) aux trois types de résidu étudiés (LRD, LVT, HML). Ceci corrobore le fait que l'acquisition de la résistance ou l'hydratation des liants semble directement reliée aux propriétés physiques et surtout à la teneur en soufre des résidus utilisés pour la fabrication du remblai en pâte. La qualité de l'eau de gâchage a sans doute une grande influence sur l'hydratation des liants.

Dans cette section nous analysons l'évolution de la résistance UCS des remblai en fonction de la durée de cure pour chaque type de résidu. Rappelons que le résidu LRD contient environ 32% de soufre, le résidu LVT en contient 16% et le résidu HML en contient 5%. Les résultats sont présentés pour chaque type de liant et pour les trois pourcentages de liant choisis (3%wt, 4,5%wt et 6%wt).

a) Liant CP (ciment Portland type 10 et 50)

La Figure 21 (à gauche) présente les résultats de l'évolution de la résistance UCS avec la durée de cure pour les trois résidus utilisés avec le liant CP (50% de ciment Portland type 10 et 50% de ciment Portland type 50). Cette figure montre que le liant CP s'hydrate à peu près de la même manière dans les résidus LVT et HML avec des proportions de 3%wt et 4,5%wt, mais devient légèrement meilleur pour le résidu LVT avec une proportion de 6%wt. Mais on note principalement que le liant CP s'hydrate très bien dans le résidu LRD qui est le plus sulfureux quelque soit le pourcentage de liant utilisé.

En terme de vitesse d'hydratation, on observe que le liant CP s'hydrate très vite et atteint presque sa résistance maximale après 28 jours de cure pour les résidus LVT et HML. Par contre le même liant CP s'hydrate plus lentement dans le résidu LRD entre 0 et 28 jours de cure à 3%wt et 0 et 14 jours de cure à 4,5%wt et 6%wt. Au-delà de ces durées de cure, le remblai LRD acquiert une bonne résistance mécanique supérieure à celle des remblais LVT et HML. On peut donc dire que le liant CP est moins réactif en présence d'un résidu peu ou moyennement sulfureux, et au contraire plus réactif en présence d'un résidu contenant beaucoup de sulfures. Par conséquent, le liant CP est très approprié pour des résidus très sulfureux.

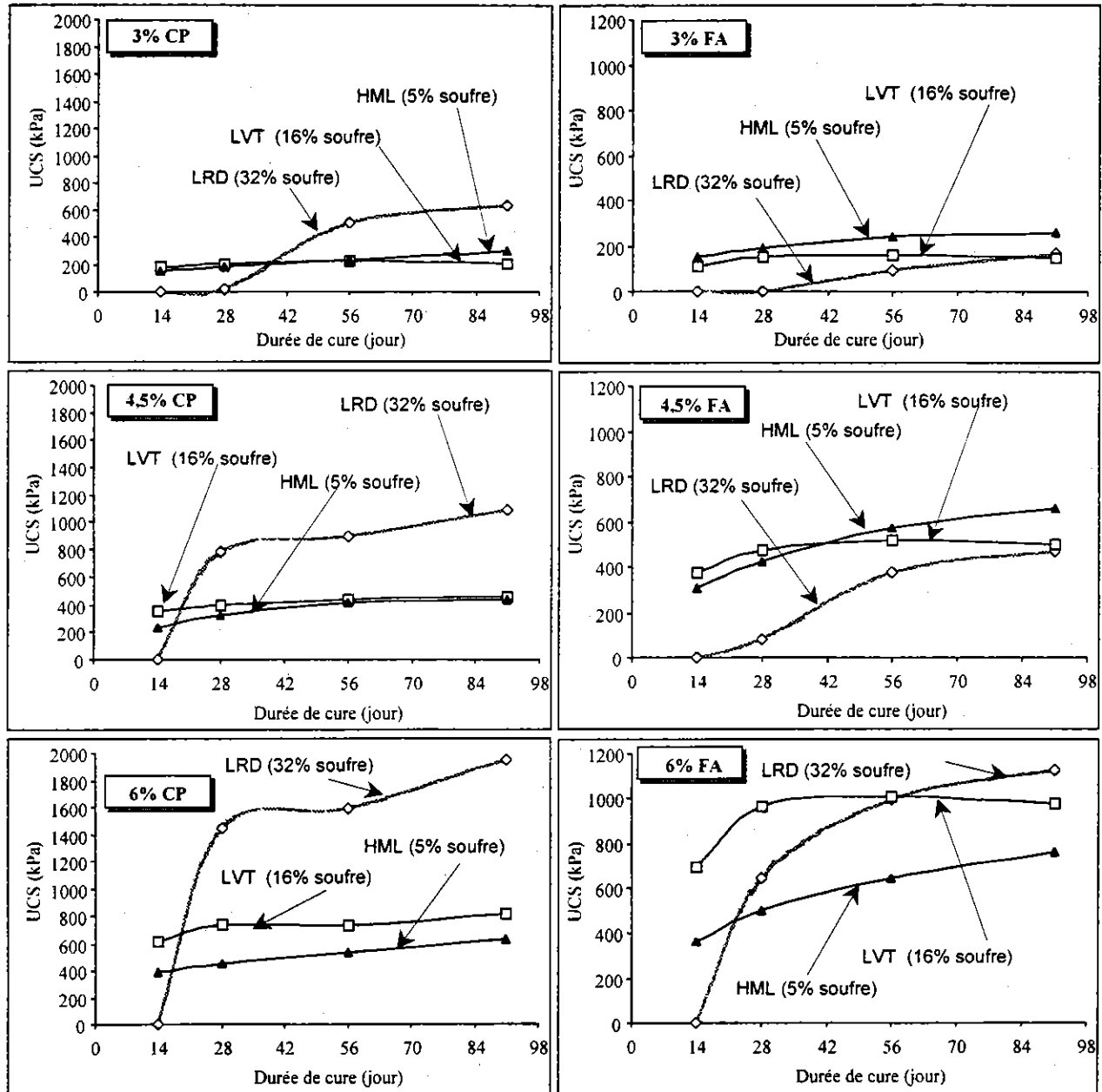
b) Ciment aux cendres volantes FA

La Figure 21 (à droite) présente les résultats de l'évolution de la résistance UCS en fonction de la durée de cure pour les trois résidus utilisés avec le ciment aux cendres volantes FA (50% de ciment Portland type 10 et 50% de cendres volantes ou fly ash). Cette figure montre qu'avec des proportions de 3%wt et 4,5%wt, le liant FA s'hydrate de manière similaire dans les résidus LVT et HML, mais devient nettement meilleur pour le résidu LVT avec une proportion de 6%wt. On observe par contre que le liant FA s'hydrate moins bien dans le résidu LRD avec des proportions de 3%wt et 4,5%wt, mais s'hydrate mieux avec une proportion de 6%wt.

Le liant FA s'hydrate très vite et atteint pratiquement sa résistance maximale après 28 jours de cure pour le résidu LVT, mais semble continuer à augmenter avec la durée de cure pour le résidu HML. D'autre part, le liant FA s'hydrate plus lentement dans le résidu LRD entre 0 et 28 jours de cure à 3%wt et entre 0 et 14 jours de cure à 4,5%wt et 6%wt. Au-delà de ces dates de cure, le

remblai LRD acquiert une résistance mécanique inférieure à celle des remblais LVT et HML à 3%wt et 4,5%wt de liant FA, et une résistance supérieure à celle du résidu HML à 6%wt du liant FA.

On note globalement qu'à pourcentage égal de liant, les résistances acquises par le liant FA sont toujours supérieures à celles acquises par le liant CP, exception faite du résidu LRD. Par conséquent, le liant FA est plus approprié pour les résidus LVT et HML que le liant CP qui reste le meilleur pour le résidu LRD.



Liant CP = 50:50 de ciments Portland Type10:Type50

Liant FA = 50:50 de ciment Portland Type10:cendres volantes

Figure 21. Influence du % de soufre du résidu sur la résistance UCS obtenues avec les liants CP et FA

c) Ciment au laitier de haut fourneau CL

La Figure 22 (à gauche) présente les résultats de l'évolution de la résistance UCS au cours du temps de cure pour les trois résidus utilisés avec le ciment Portland CL (20% de ciment Portland type 10 et 80% de laitier de haut fourneau). Avec des proportions de 3% et 4,5% du liant FA, la courbe d'évolution de la résistance UCS du remblai fait avec le résidu LVT est en forme de "S", mais croît continuellement au cours de la durée de cure avec une proportion de 6%wt. Par contre la courbe d'évolution de la résistance UCS du remblai fait avec le résidu HML croît continuellement avec la durée de cure pour les trois pourcentages de liant mais reste inférieure à celle obtenue avec le résidu LVT. Cette figure montre surtout que le liant CL ne génère presque aucun lien de cimentation dans le remblai fait avec le résidu LRD, et ce pour les trois pourcentages de liant.

On note également sur la Figure 22 (à gauche) que le liant CL s'hydrate moins vite entre 0 et 28 jours de cure avec le résidu LVT qu'avec le résidu HML. Au-delà de 28 jours de cure le remblai LVT devient plus résistant que le remblai HML et ce, pour les trois pourcentages de liant. Mais les remblais LVT et HML atteignent leur résistance maximale stable après les 28 jours de cure à 3%wt et 4,5%wt de liant, et cette résistance continue d'augmenter au cours du temps de cure à 6%wt. Par contre, l'hydratation du liant CL se fait extrêmement lentement avec le résidu LRD due probablement à la forte teneur en soufre.

On peut donc conclure que le liant CL est fortement déconseillé pour les résidus très sulfureux comme le résidu LRD, mais est fortement conseillé pour des résidus moyennement à faiblement sulfureux comme les résidus LVT et HML. De plus, ce liant confère plus de résistance aux remblais LVT et HML qu'avec les liants CP et FA.

d) Laitier de haut fourneau SL

La Figure 22 (à droite) présente les résultats de l'évolution de la résistance UCS avec la durée de cure pour les deux résidus utilisés avec le laitier de haut fourneau SL (100% de laitier de haut fourneau). Rappelons que liant n'a pu être utilisé avec le résidu HML pour des raisons de délais de livraison. Cette figure montre surtout que le liant SL ne génère presque aucune cohésion dans le remblai fait avec le résidu LRD, et ce pour les trois pourcentages de liant. Par contre pour le résidu LVT, on note une faible vitesse d'hydratation du liant SL entre 0 et 14 jours de cure. Mais au-delà de cette date de cure, la résistance UCS croît avec la durée de cure jusqu'à 56 jours de cure.

Entre 56 et 91 jours de cure, cette résistance UCS baisse légèrement à 3%wt, se stabilise à 4,5%wt, continue de croître à 6%wt. On peut déduire que le liant SL n'est pas recommandable pour un résidu aussi sulfureux comme le résidu LRD, mais pourrait être conseillé pour des résidus faiblement à moyennement sulfureux comme les résidus LVT et HML. D'autre part, le liant SL confère les plus fortes résistances UCS au remblai LVT et ce pour les trois pourcentages de liant.

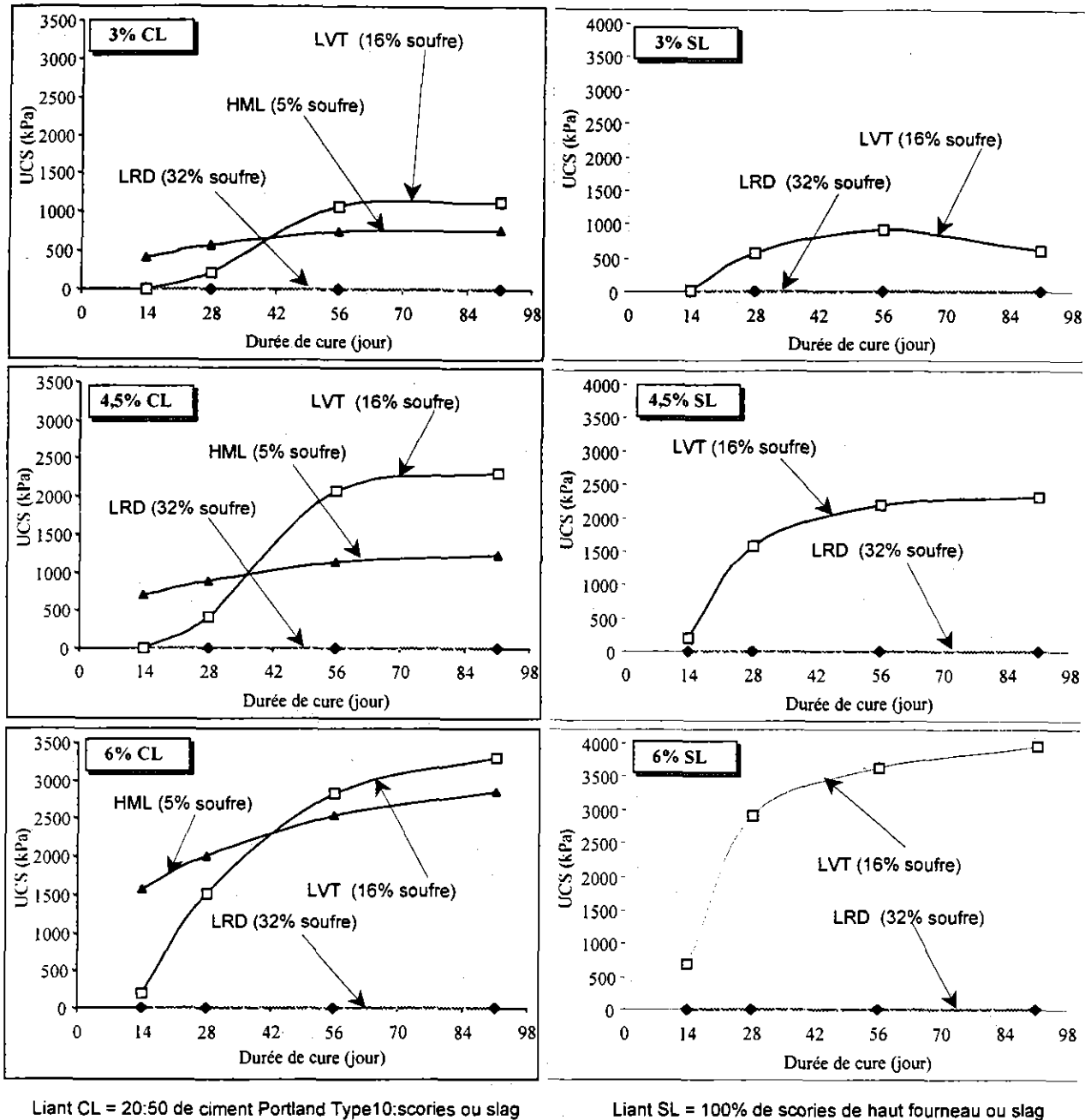


Figure 22. influence du % de soufre du résidu sur la résistance UCS obtenues avec les liants CL et SL

7.3.2 Critères de rupture des trois remblais

À partir des données expérimentales des Tableaux 66, 67 et 68 contenant les valeurs des contraintes principales obtenues après les essais de compression triaxiale, les paramètres $p = (\sigma_1 + \sigma_3)/2$ et $q = (\sigma_1 - \sigma_3)/2$ ont été calculés et représentés dans des diagrammes $p-q$ présentés dans le corps du texte (Figures 23, 25, 26 et 28). Les tracés des cercles et des droites de Mohr ainsi que les droites $p-q$ sont présentés en annexe (Annexe R).

À partir des droites intrinsèques $p-q$, les paramètres c et ϕ du critère de Mohr-Coulomb ont été calculés (Tableau 69). Avec les essais effectués sur les éprouvettes de remblai âgées de 110 jours, nous comparons les critères de rupture (Figure 23) des trois recettes optimales de remblai (4,5% CP pour LRD, 4,5% CL pour LVT et HML) puis nous analysons les influences du type de résidu (Figure 25), du type de liant (Figure 26), et du pourcentage de liant (Figure 28) sur les paramètres c et ϕ .

a) Paramètres mécaniques des trois remblais

Les résultats de calcul des paramètres mécaniques sont résumés dans le Tableau 69. Dans ce tableau, le module d'élasticité ou de déformation E a été calculé à partir des courbes contrainte-déformation des essais UCS. Les valeurs de la cohésion c et de l'angle de frottement ϕ ont été calculées à partir des paramètres des droites intrinsèques $p-q$, à savoir leur intercepte et leur pente (Figures 23, 25, 26 et 28).

Tableau 69 – Résultats des paramètres mécaniques des trois remblais en pâte

Nom remblai	Pourcentage et liant	UCS (kPa)	E (kPa)	c (kPa)	ϕ (degré)
LRD	CP@4,5%	1314	416 743	465	9
LRD	FA@6%	1146	373 114	402	23
LVT	CL@3%	1012	468 913	400	14
LVT	CL@4,5%	2325	931 856	1023	8
LVT	CL@6%	3456	1 141 095	1654	4
HML	CL@4,5%	1273	424 266	527	11
HML	CP@4,5%	534	299 647	158	28
HML	FA@4,5%	787	392 819	249	26

b) Ensemble des recettes optimales des trois remblais

La Figure 23 montre globalement que les trois remblais fabriqués selon une recette optimale (4,5%wt de liant) présentent à peu près les mêmes angles de frottement à la rupture mais se distinguent par leur cohésion. La recette optimale pour le résidu LVT fournit la plus grande cohésion au remblai en pâte ($c = 1023$ kPa), même si son angle de frottement ($\phi = 8^\circ$) est très proche de celui du remblai LRD ($\phi = 9^\circ$) dont la cohésion est moins élevée ($c = 465$ kPa).

La cohésion du remblai HML ($c = 527$ kPa) est intermédiaire entre les deux autres remblais, mais possède l'angle de frottement le plus élevé ($\phi = 11^\circ$) des trois remblais (Figure 24).

On peut donc dire que les recettes optimales des trois remblais en pâte se distinguent plus par leur cohésion que par leur angle de frottement interne qui est quasiment le même. La cohésion étant directement liée au module de déformation élastique E . Plus la cohésion est élevée et plus le module E est élevé et vis versa.

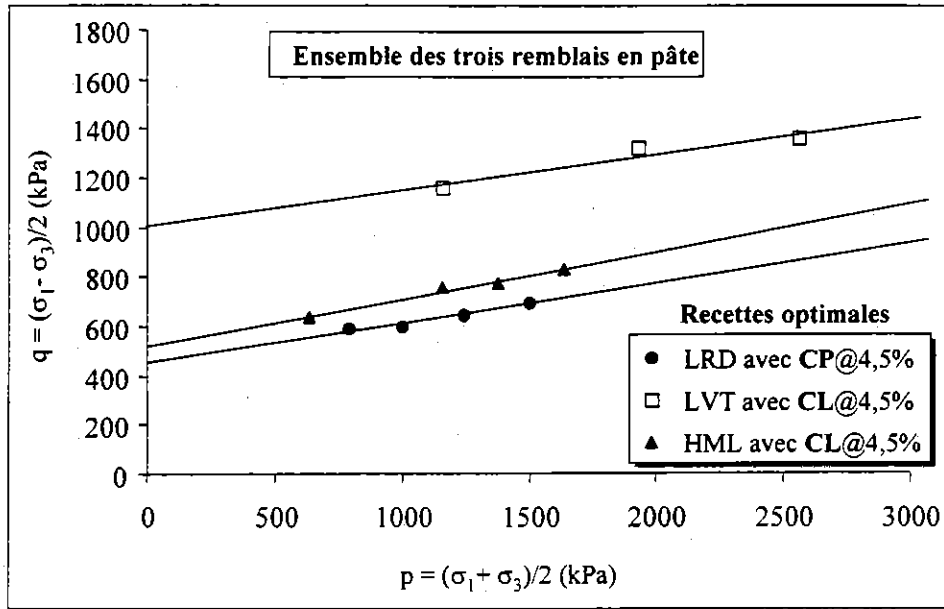


Figure 23. Droites p - q des recettes optimales des trois remblais en pâte

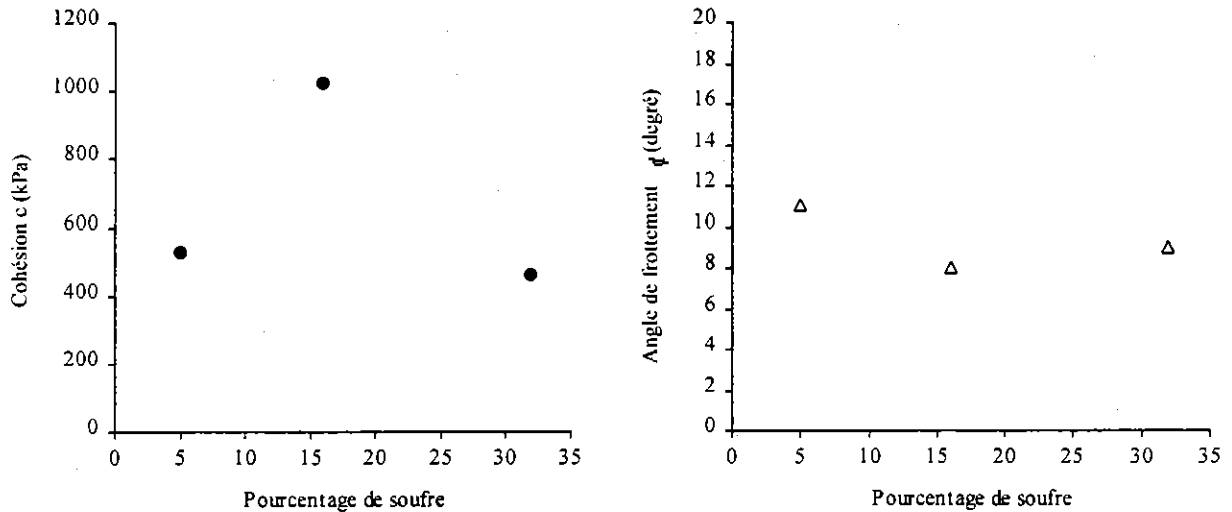


Figure 24. Évolution de c et ϕ des recettes optimales en fonction du pourcentage de soufre

c) Influence du type de résidu

Afin d'observer l'influence du type de résidu (c'est-à-dire la teneur en soufre et de la chimie de l'eau de gâchage) sur les caractéristiques intrinsèques du remblai, le liant CL à 4,5%wt a été choisi pour les trois résidus (LRD, LVT et HML) afin de limiter le nombre d'essais. La Figure 25 présente seulement les droites intrinsèques p - q des remblais LVT et HML parce que le remblai LRD avait un UCS < 10 kPa et par conséquent un angle de frottement et une cohésion presque nuls. En effet, les éprouvettes de remblai étaient molles et sans résistance, et ne permettaient pas d'effectuer des essais.

La Figure 25 montre que pour un même type de liant (CL) et pour un même pourcentage de liant (4,5%wt), l'influence du résidu est très remarquable au niveau de la cohésion. En effet, le remblai en pâte fabriqué à partir du résidu très sulfureux de LRD avec le liant CL ne possède aucune cohésion après 110 jours de cure ($c = 0$ kPa) alors que la cohésion du remblai LVT, dont le résidu est moyennement sulfureux, est presque le double ($c = 1023$ kPa) de celle du remblai HML ($c = 527$ kPa) dont le résidu est faiblement sulfureux. Par contre l'angle de frottement le plus élevé est celui du remblai HML ($\phi = 11^\circ$) suivi de celui du remblai LVT ($\phi = 8^\circ$). L'angle de frottement du remblai LRD est nul ($\phi = 0^\circ$).

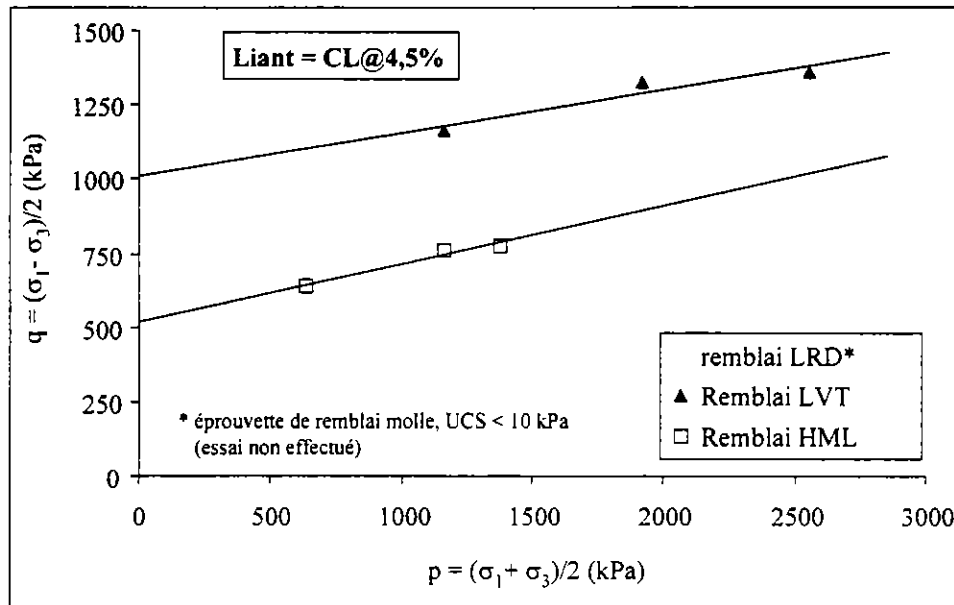


Figure 25. Droites p - q montrant l'influence du type de résidu dans le remblai

On peut donc dire qu'avec le liant CL, il n'existe pas de relation linéaire entre la cohésion du remblai et la teneur initiale en soufre du résidu. Par contre il existe une relation linéaire entre l'angle de frottement interne et la teneur initiale en soufre du résidu. En effet, avec le liant CL, l'angle de frottement décroît avec l'augmentation de la teneur initiale en soufre du résidu dans la gamme 5% - 32% de soufre.

d) Influence du type de liant

Afin d'observer l'influence du type de liant sur le rôle des liens de cimentation dans l'acquisition de la cohésion par le remblai, trois liants ont été retenus, à savoir les liants CL, CP et FA avec un seul pourcentage de 4,5%wt. Le résidu choisi est le résidu HML qui est faiblement sulfureux (5% de soufre).

La Figure 26 présente les droites intrinsèques p - q obtenues sur les remblais HML avec 4,5%wt des liants CL, CP et FA. Cette figure montre que pour le remblai HML et avec un même pourcentage de 4,5%wt de liant, la plus forte cohésion ($c = 527$ kPa) est obtenue avec le ciment au laitier de haut fourneau CL et elle est plus du double de celle obtenue avec le liant FA ($c = 249$ kPa) et plus du triple de celle obtenue avec le liant CP ($c = 158$ kPa).

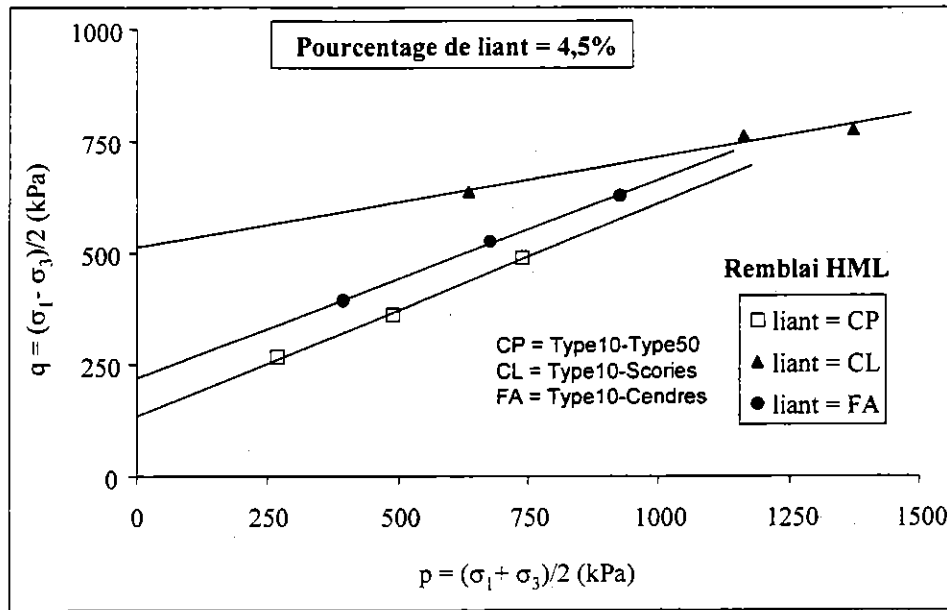


Figure 26. Droites p - q montrant l'influence du type de liant utilisé dans le remblai

D'autre part, on peut noter que plus la cohésion est élevée et plus le module de déformation élastique E est élevé, mais plus l'angle de frottement est moins élevé. En effet, la Figure 27 montre bien que l'angle de frottement le plus élevé ($\phi = 28^\circ$) a été obtenu avec le liant CP (plus faible cohésion), tandis que le plus faible angle de frottement ($\phi = 11^\circ$) a été obtenu avec le liant CL (plus forte cohésion).

La Figure 26 montre aussi que les angles de frottement obtenus avec les liants FA ($\phi = 26^\circ$) et CP ($\phi = 28^\circ$) sont très proches, mais leur cohésion diffère d'au moins 50 kPa (Figure 28). On peut donc conclure que pour le résidu HML qui est faiblement sulfureux, les observations suivantes ont été effectuées : la cohésion $c_{CL} > c_{FA} > c_{CP}$ et l'angle de frottement $\phi_{CL} < \phi_{FA} < \phi_{CP}$.

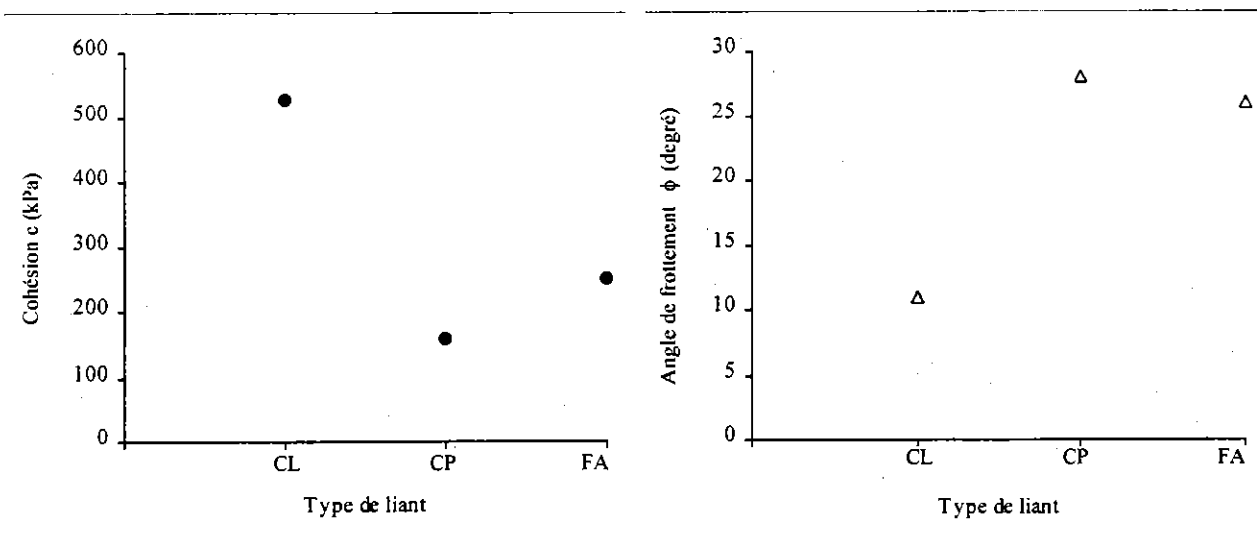


Figure 27. Évolution de c et ϕ du remblai HML pour les trois types de liant

e) Influence du pourcentage de liant

Afin d'observer l'influence du pourcentage de liant sur les liens de cimentation et l'acquisition de la cohésion par le remblai, le liant CL a été retenu pour les trois pourcentages de liant (3%wt, 4,5%wt et 6%wt). Le résidu choisi est le résidu LVT qui est moyennement sulfureux (16% de soufre). La Figure 28 présente les droites intrinsèques p - q obtenues sur les remblais LVT à 3% CL, 4,5% CL et 6% CL. Cette figure traduit bien le rôle très net du pourcentage de liant sur la valeur de la cohésion du remblai concerné.

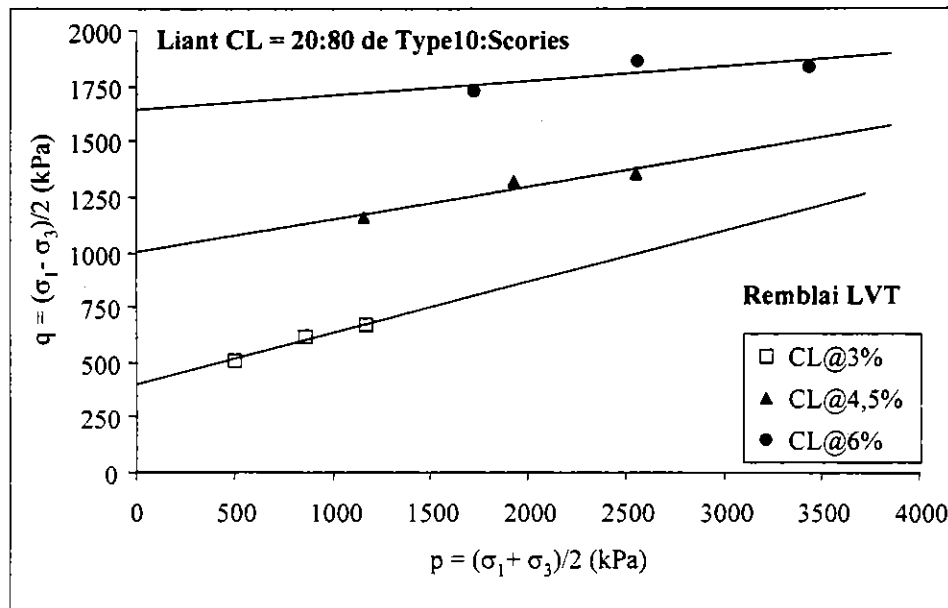


Figure 28. Droites p - q montrant l'influence du pourcentage de liant dans le remblai

En effet, pour le remblai LVT et avec le liant CL, la plus forte cohésion ($c = 1654$ kPa) est obtenue avec 6% CL, elle est 4 fois plus élevée que celle obtenue avec 3% CL ($c = 400$ kPa) et présente une différence de plus 500 kPa avec la cohésion obtenue avec 4,5% CL ($c = 1023$ kPa). On note également que plus la cohésion est élevée et plus le module de déformation élastique E est élevé, mais plus l'angle de frottement est moins élevé.

Ainsi donc, l'angle de frottement le plus élevé ($\phi = 14^\circ$) a été obtenu avec 3% CL (plus faible cohésion), tandis que le plus faible angle de frottement ($\phi = 4^\circ$) a été obtenu avec 6% CL (plus forte cohésion). L'écart moyen entre les valeurs des angles de frottement obtenus avec les trois pourcentages de liant est de l'ordre de 4° .

On peut donc conclure que pour le remblai fabriqué à partir du résidu LVT (16% de soufre) avec le liant CL à 3%wt, 4,5%wt et 6%wt, il existe une relation linéaire entre d'une part, l'angle de frottement et le pourcentage de liant et d'autre part, une relation linéaire entre la cohésion et le pourcentage de liant (Figure 29). Ces relations se traduisent par le fait que l'angle de frottement diminue avec l'augmentation du pourcentage de liant, tandis que la cohésion augmente avec l'augmentation du pourcentage de liant.

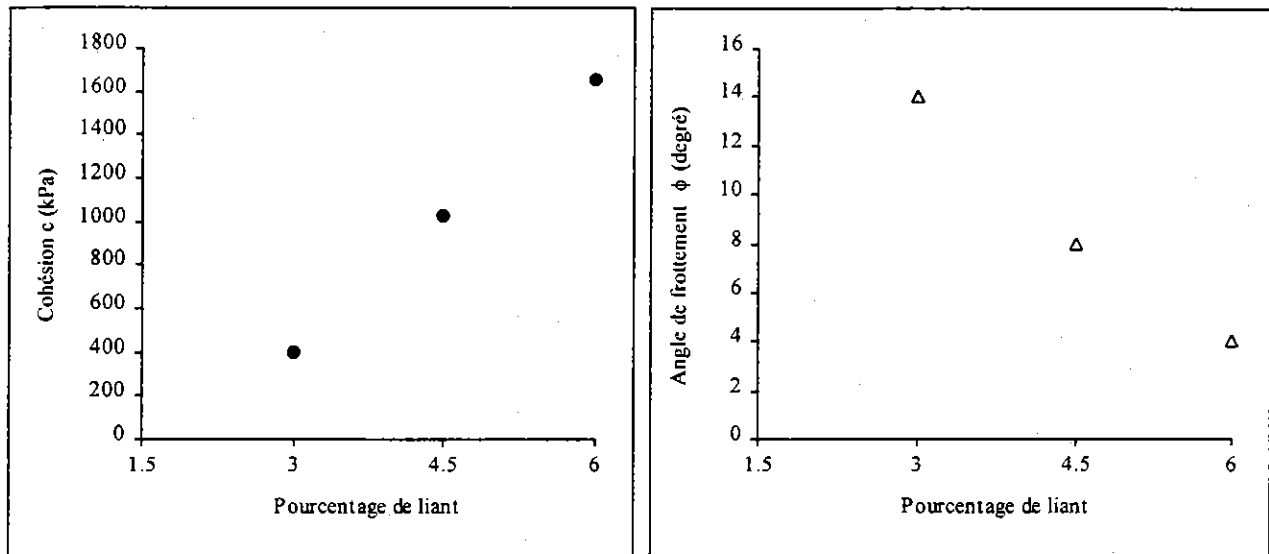


Figure 29. Évolution de c et ϕ en fonction du pourcentage de liant

7.4 SYNTHÈSE DES RÉSULTATS MÉCANIQUES

Dans le cadre de cette activité de recherche, environ **610 éprouvettes** de remblai en pâte ont été confectionnées à partir de **3 types de résidu** (LRD, LVT, HML), avec **4 types de liants CP** (50% de ciment Portland type 10 et 50% de ciment Portland type 50), FA (50% de cendres volantes ou fly ash et 50% de ciment Portland type 10) CL (80% de laitier de haut fourneau et 20% de ciment Portland type 10) et SL (100% de laitier de haut fourneau) à trois pourcentages différents (3%wt, 4,5%wt et 6%wt).

Un total de **425 éprouvettes** a été utilisé pour des essais de compression **uniaxiale** (396 éprouvettes) et **triaxiale** (29 éprouvettes). Les essais de compression uniaxiale ont permis de faire le choix d'une recette optimale pour chacun des trois résidus étudiés à partir des valeurs de UCS, tandis que les essais de compression triaxiale ont permis d'obtenir les paramètres mécaniques c et ϕ des remblais en pâte tout en permettant la mise en évidence de l'influence de certains paramètres de mélange sur les paramètres mécaniques.

Concernant les recettes optimales pour les trois résidus étudiés, les choix ont été effectués en se fixant comme critère, la gamme de résistance à la compression uniaxiale UCS à court terme de 700-800 kPa et à long terme de l'ordre de 1000 kPa. Ainsi, **la recette optimale** pour le

- **Résidu LRD**, seuls les liants CP (à 3%, 4,5% et 6%) et FA (à 4,5% et 6%) confèrent une résistance significative au remblai après 28 jours de cure, et les plus fortes résistances UCS sont obtenues avec le liant CP. La recette optimale pour le résidu LRD est le mélange à 4,5%wt du liant CP qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 780 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 1,1 MPa.
- **Résidu LVT**, seuls les liants SL et CL permettent de respecter le critère de choix dans la gamme de pourcentage de liant 4,5%-6%, et ces deux liants confèrent au remblai à peu près la

Rapport principal

même résistance à long terme. La recette optimale pour le résidu LVT est le mélange à 4,5%wt du liant CL qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 410 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 2,3 MPa.

- Résidu HML, seul le liant CL permet de respecter le critère de choix dans la gamme de pourcentage de liant 4,5%-6%. La recette optimale pour le résidu HML est le mélange à 4,5%wt du liant CL qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 890 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 1,2 MPa.

Les **essais de compression uniaxiale** ont permis également d'analyser les phénomènes d'acquisition de la résistance UCS avec les quatre types de liant (CP, FA, CL et SL) et en rapport avec les teneurs initiales en soufre des résidus LRD (32% de soufre), LVT (16% de soufre) et HML (5% de soufre). De l'ensemble des résultats nous retiendrons que le :

- Liant CP (50% de ciment Portland type 10 et 50% de ciment Portland type 50) est moins réactif en présence d'un résidu peu sulfureux (HML) ou moyennement sulfureux (LVT), et au contraire plus réactif en présence d'un résidu contenant beaucoup de sulfures (LRD). Par conséquent, le liant CP est très approprié pour des résidus très sulfureux comme le résidu LRD. Ceci s'explique par la formation d'hydrates sulfatés qui participent de façon importante à la cimentation.
- Liant FA (50% de cendres volantes ou fly ash et 50% de ciment Portland type 10) est plus approprié pour les résidus LVT et HML que le liant CP qui reste le meilleur liant pour le résidu LRD. Pour un même pourcentage de liant, les résistances acquises par le liant FA sont toujours supérieures à celles acquises par le liant CP, exception faite pour le résidu LRD.
- Liant CL (80% de laitier de haut fourneau et 20% de ciment Portland type 10) est fortement déconseillé pour les résidus très sulfureux comme le résidu LRD à cause de la grande lenteur de son hydratation, mais fortement conseillé pour des résidus moyennement à faiblement sulfureux comme les résidus LVT et HML. De plus, ce liant confère plus de résistance aux remblais LVT et HML qu'avec les liants CP et FA.
- Liant SL (100% de laitier de haut fourneau ou slag) n'est pas recommandable pour un résidu aussi sulfureux comme le résidu LRD, mais pourrait être conseillé pour des résidus faiblement à moyennement sulfureux comme les résidus LVT et HML. Le laitier s'hydrate très lentement et presque pas du tout en faible proportion. D'autre part, le liant SL confère les plus fortes résistances UCS au remblai LVT et ce pour les trois pourcentages de liant.

Les **essais de compression triaxiale** ont été effectués sur les éprouvettes des recettes optimales de LRD (4,5% du liant CP), LVT (4,5% du liant CL) et HML (4,5% du liant CL). Toutes ces éprouvettes présentent une rupture fragile. Les **courbes contrainte-déformation** montrent que pour le :

- Remblai LRD, les éprouvettes testées ne semblent pas être influencées par les confinements appliqués se traduisant par un déviateur de contrainte qui est inférieur à UCS.

- Remblai LVT, les éprouvettes testées sont faiblement influencées par les confinements appliqués. À $\sigma_3 = 600$ kPa, le comportement de ce remblai est élasto-plastique, mais ne l'est plus quand on double ce confinement ($\sigma_3 = 1200$ kPa).
- Remblai HML, les éprouvettes testées sont faiblement influencées par le confinement et le comportement global de ce remblai est plus ou moins élasto-plastique.

Les **essais de compression triaxiale** ont permis d'obtenir les valeurs des contraintes principales, de calculer le module de déformation élastique E et les paramètres du critère de rupture de Mohr-Coulomb à savoir, la **cohésion c** et **l'angle de frottement ϕ** pour les trois types de remblai en pâte étudiés. Ces résultats ont montré que la cohésion est corrélée linéairement au module de déformation élastique E du remblai en pâte. De ces résultats, nous retiendrons que :

- Les recettes optimales des trois remblais en pâte, se distinguent plus par leur cohésion que par leur angle de frottement interne qui est quasiment le même. La cohésion du remblai LVT (4,5% CL) est presque le double de celle du remblai HML (4,5% CL). La cohésion du remblai HML diffère de celle du remblai LRD (4,5% CP) de plus de 60 kPa.
- Pour chaque type de résidu (teneur en soufre) et en utilisant le liant CL, il n'existe pas de relation linéaire entre la cohésion du remblai et la teneur initiale en soufre du résidu. Par contre il existe une relation linéaire entre l'angle de frottement interne ϕ et la teneur initiale en soufre du résidu. En effet, l'angle de frottement décroît avec l'augmentation de la teneur initiale en soufre du résidu dans la gamme 5% - 32% de soufre.
- Pour chaque type de liant (sauf le liant SL) utilisé dans le remblai HML (5% de soufre), on observe que la cohésion $c_{CL} > c_{FA} > c_{CP}$ et l'angle de frottement $\phi_{CL} < \phi_{FA} < \phi_{CP}$.
- Pour chaque pourcentage du liant CL utilisé dans le remblai LVT (16% de soufre), il existe une relation linéaire entre d'une part, l'angle de frottement et le pourcentage de liant et d'autre part, entre la cohésion et le pourcentage de liant. Ces relations se traduisent par une diminution de l'angle de frottement avec l'augmentation du pourcentage de liant, tandis que la cohésion augmente avec l'augmentation du pourcentage de liant.

8. RELATIONS PHYSICO-CHIMIQUES ET MÉCANIQUES

Dans ce chapitre nous allons tenter de mettre en évidence toutes les relations entre les caractéristiques physico-chimiques et la résistance UCS du remblai en pâte. Ces relations peuvent être observées de deux façons :

- (i) de façon détaillée en analysant l'évolution de la résistance UCS en fonction d'une part, des paramètres physiques et d'autre part, des éléments chimiques
- (ii) de façon globale en calculant d'une part, la matrice des corrélations de l'ensemble des paramètres physico-chimiques et mécaniques et d'autre part, en effectuant une analyse multivariée en composante principale (ACP). Cette deuxième démarche est également appelée analyse (statistique) des données.

8.1 RELATIONS CHIMICO-MÉCANIQUES DANS LES REMBLAIS EN PÂTE

Afin d'étudier le rôle de chacun des paramètres physiques et des éléments chimiques sur l'acquisition de la résistance UCS par les remblais en pâte, les différentes données ont été représentées dans des graphes pour chaque type de liant (CP, FA, CL et SL) et pour les trois types de remblai (LRD, LVT, HML). L'ensemble de ces graphes est présenté en annexe (Annexes S, T, U). Sur ces graphes, le premier point de chaque courbe correspond à 3% du liant, le deuxième point correspond à 4,5% du liant et le dernier point correspond à 6% du liant utilisé.

8.1.1 Rôle des éléments chimiques

Comme pour les résultats de la caractérisation chimique, le rôle des six principaux éléments chimiques (Ca, SO_4^{--} , Fe, Al, Si, Mg) sur l'acquisition de la résistance UCS sera analysé. Pour ne pas alourdir le texte, une seule date de cure a été retenue pour cette analyse et qui est 56 jours de cure (UCS et éléments chimiques obtenus après 56 jours de cure). Les différents graphes correspondant sont présentés en Annexe S. L'influence de chacun des six éléments chimiques sur la valeur de UCS sera analysée pour chacun des quatre types de liant. Ces résultats montrent que la ou les plus forte(s) teneur(s) en :

- **Ca** sont observées dans le remblai LRD (> 1000 ppm) avec le liant CP et le remblai LVT avec le liant CL (\approx 1000 ppm),
- **SO_4^{--}** sont observées dans les remblais LRD avec le liant CP (> 12 500 ppm), LRD et LVT avec le liant FA (\approx 1000 ppm) et le liant CL (\approx 1000 ppm),
- **Fe** sont observées dans les remblais HML avec les liants FA (\approx 1.1 ppm) et CP (\approx 0,9 ppm),
- **Al** est observée dans le remblai LRD avec le liant FA,
- **Si** sont observées dans le remblai LVT avec les liants CL (\approx 12 ppm) et SL (\approx 3 ppm),
- **Mg** sont observées dans le remblai LVT avec les liants CL (\approx 70 ppm) et SL (\approx 30 ppm).

a) Influence du Calcium

La variation de la teneur en calcium est propre à chaque type de liant utilisé; c'est-à-dire que pour les quatre types de liant la variation de la teneur en Ca est similaire pour les trois remblais.

Liant CP : mis à part le remblai HML, la teneur en Ca est proportionnelle au pourcentage de liant et par conséquent à la résistance UCS. Le remblai LRD qui réagit le mieux avec le liant CP est globalement plus riche en calcium que le remblai LVT et le remblai HML. Le liant CP qui réagit mieux dans le remblai LVT que dans le remblai HML, contient également plus de Ca que ce dernier. Avec le liant CP (et en fonction du pourcentage de liant), il semble exister un lien direct entre la teneur en Ca et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Plus il y a du Ca, plus le résidu est sulfureux et plus le remblai est résistant.

Liant FA : l'évolution de la teneur en Ca est complètement différente de celle avec liant CP. Les résultats précédents ont montré que le liant FA qui réagissait mieux dans les remblai LRD et LVT, mais de la même façon que le liant CP dans le remblai HML. On constate globalement que le remblai LRD contient moins de Ca que les remblais LVT et HML et que le remblai LVT en contient moins que le remblai HML (le plus riche en Ca).

Mis à part le remblai LVT, la teneur en Ca varie très peu en fonction du pourcentage de liant sans que cela n'affecte l'acquisition de la résistance. En effet, à environ 880 ppm de Ca dans le remblai LVT et à environ 125 ppm de Ca dans le remblai LRD correspondent à peu près la même résistance UCS de l'ordre de 1 MPa. Ceci pourrait s'expliquer par la différence de teneur initiale en soufre dans le remblai. Avec le liant FA, plus le résidu initial contient du soufre, moins le remblai sera riche en calcium et plus il sera résistant.

Liant CL : ce liant qui n'avait conféré aucune résistance au remblai LRD, réagissait très bien dans les remblais LVT et HML. La teneur en Ca dans le remblai HML est moins élevée que celle dans le remblai LVT qui présente les plus fortes valeurs de UCS. On note aussi que pour chacun de ces deux remblais, plus le pourcentage de liant augmente, plus la teneur en Ca diminue et plus la résistance du remblai augmente. Mais la variation de la teneur en Ca reste faible. Avec le liant CL, la teneur en Ca ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Liant SL : ce liant qui n'avait conféré aucune résistance au remblai LRD, s'hydratait très bien dans le remblai LVT. Néanmoins, la teneur en Ca dans le remblai LRD est très proche de celle dans le remblai LVT. Pour ce dernier, la teneur en Ca augmente avec le pourcentage de liant et par conséquent la résistance UCS. Avec le liant SL, la teneur en Ca ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

b) Influence du sulfate

Liant CP : mis à part le remblai HML, la teneur en sulfate est proportionnelle au pourcentage de liant et à la résistance UCS. Le remblai LRD dans lequel le liant CP s'hydrate le mieux, est globalement plus riche en sulfate que les remblais LVT et HML. Le remblai LVT dans lequel le liant CP s'hydrate mieux que le remblai HML, contient également plus de sulfate que ce dernier. Avec le liant CP, il semble exister un lien direct entre la teneur en sulfate et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Plus il y'a du sulfate, plus le liant CP s'hydrate mieux.

Rapport principal

Liant FA : On constate globalement que les remblais LRD et LVT contiennent plus de sulfate que le remblai HML. Mis à part le remblai HML, la teneur en sulfate varie en fonction du pourcentage de liant et de la résistance UCS. Avec le liant FA, plus le résidu initial contient du soufre, plus le remblai sera riche en sulfate et plus il sera résistant.

Liant CL : La teneur en sulfate dans le remblai HML est moins élevée que celle dans le remblai LVT qui présente les plus fortes valeurs de UCS. On note aussi que pour chacun de ces deux remblais, plus le pourcentage de liant augmente, plus la teneur en sulfate diminue et plus la résistance du remblai augmente. Mais la variation de la teneur en sulfate reste faible pour le remblai LVT et plus importante pour le remblai HML. Avec le liant CL, la teneur en sulfate ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Liant SL : la teneur en sulfate dans le remblai LRD (résistance UCS presque nulle) est très proche de celle dans le remblai LVT. Pour ce dernier, la teneur en sulfate augmente avec le pourcentage de liant et par conséquent de la résistance UCS. Avec le liant SL, la teneur en sulfate ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

c) Influence du Fer

Liant CP : mis à part le remblai LRD (teneur en Fe constante), la teneur en Fe est proportionnelle au pourcentage de liant. Le remblai LRD dans lequel le liant CP s'hydrate le mieux, est globalement le moins riche en Fe que les remblais LVT et HML. Le remblai LVT dans lequel le liant CP s'hydrate mieux que le remblai HML, contient également moins de Fe que ce dernier. Avec le liant CP, il existe un lien direct entre la teneur en Fe et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Moins il y'a du Fe, plus le résidu est sulfureux et plus le remblai est résistant.

Liant FA : On constate globalement que les remblais LVT et LRD contiennent moins de Fe que le remblai HML. Mis à part le remblai HML, la teneur en Fe ne varie pas en fonction du pourcentage de liant. Avec le liant FA, plus le résidu initial contient du soufre, moins le remblai sera riche en Fe et plus il sera résistant.

Liant CL : La teneur en Fe dans le remblai HML est nulle et presque nulle dans le remblai LVT qui présente les plus fortes valeurs de UCS. La teneur en Fe ne varie pas dans le remblai LVT. Avec le liant CL, la teneur en Fe ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu (sinon très faiblement), ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Liant SL : la teneur en Fe dans le remblai LRD (résistance UCS presque nulle) est très proche de celle dans le remblai LVT. Pour ce dernier, la teneur en Fe ne varie presque pas avec le pourcentage de liant. Avec le liant SL, la teneur en Fe ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

d) Influence de l'Aluminium

Liant CP : mis à part le remblai HML dans lequel la teneur en Al est proportionnelle au pourcentage de liant, dans les remblais LRD et LVT la teneur en Al est constante est quasiment nulle. Avec le liant CP, il existe un lien directe entre la teneur en Al et l'acquisition de la

résistance UCS par le remblai. Moins il y'a du Al, plus le résidu est sulfureux et plus le remblai est résistant.

Liant FA : On constate globalement que les remblais LVT et HML contiennent moins de Al que le remblai LRD qui en contient beaucoup. Dans le remblai LRD la teneur en Al varie beaucoup en fonction du pourcentage de liant, c'est-à-dire que la teneur en Al est proportionnelle à la résistance UCS. Avec le liant FA, plus le résidu initial contient du soufre, plus le remblai sera riche en Al et plus il sera résistant.

Liant CL : La teneur en Al est quasiment nulle dans les trois remblais. Avec le liant CL, la teneur en Al ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu (sinon très faiblement), ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Liant SL : la teneur en Al est nulle dans les remblais LRD (résistance UCS presque nulle) et LVT. Avec le liant SL, la teneur en Al ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

e) Influence du Silicium

Liant CP : pour les trois remblais, la teneur en Si ne varie presque pas et est proportionnelle au pourcentage de liant. Avec le liant CP, il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Si et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.

Liant FA : On constate globalement que les trois remblais contiennent à peu la même teneur en Si qui reste très faible. D'autre part, la teneur en Si ne varie pas beaucoup en fonction du pourcentage de liant. Avec le liant FA, il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Si et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.

Liant CL : La teneur en Si est très faible dans les remblais LRD et HML, mais très élevée dans le remblai LVT. Pour le remblai LVT, la teneur en Si varie en fonction du pourcentage de liant. Avec le liant CL, la teneur en Si ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Liant SL : la teneur en Si est plus élevée dans le remblai LRD (résistance UCS presque nulle) que dans le remblai LVT. Pour ce dernier, la teneur en Si ne varie presque pas avec le pourcentage de liant. Avec le liant SL, la teneur en Si ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

f) Influence du Magnésium

Liant CP : la teneur en Mg ne varie pas en fonction du pourcentage de liant dans le remblai LRD contrairement aux remblais LVT et HML. D'autre part, la variation de la teneur en Mg est similaire pour ces deux derniers remblais. Avec le liant CP, il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Mg et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.

Liant FA : le remblai LRD ne contient pas de Mg, tandis que le remblai HML contient moins de Mg que dans le remblai LVT et sa teneur ne varie pas en fonction du pourcentage de liant. Le remblai LVT contient plus de Mg que les deux autres remblais, et sa teneur varie beaucoup avec

Rapport principal

le pourcentage de liant. Avec le liant FA, il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Mg et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.

Liant CL : la teneur en Mg est très faible dans les remblais LRD et HML, mais très élevée dans le remblai LVT. Pour le remblai LVT, la teneur en Mg varie en fonction du pourcentage de liant contrairement aux deux autres remblais. Avec le liant CL, la teneur en Mg ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Liant SL : la teneur en Mg est beaucoup plus élevée dans le remblai LRD (résistance UCS presque nulle) que dans le remblai LVT. Pour ce dernier, la teneur en Mg varie avec le pourcentage de liant. Avec le liant SL, la teneur en Mg semble être liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu et à l'acquisition de la résistance par le remblai.

8.1.2 Synthèse des relations chimico-mécaniques dans le remblai en pâte

Influence du calcium Ca

- Liant CP : il semble exister un lien direct entre la teneur en Ca et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Plus il y'a du Ca et plus le résidu est sulfureux, et plus le remblai est résistant.
- Liant FA : plus le résidu initial contient du soufre, moins le remblai sera riche en calcium et plus il sera résistant.
- Liant CL : la teneur en Ca ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.
- Liant SL : la teneur en Ca ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Influence du sulfate SO_4^{--}

- Liant CP : il semble exister un lien direct entre la teneur en sulfate et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Plus il y'a du sulfate, plus le résidu est sulfureux et plus le remblai est résistant.
- Liant FA : plus le résidu initial contient du soufre, plus le remblai sera riche en sulfate et plus il sera résistant.
- Liant CL : la teneur en sulfate ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.
- Liant SL : la teneur en sulfate ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Influence du fer Fe

- Liant CP : il existe un lien direct entre la teneur en Fe et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Moins il y'a du Fe, plus le résidu est sulfureux et plus le remblai est résistant.
- Liant FA : plus le résidu initial contient du soufre, moins le remblai sera riche en Fe et plus il sera résistant.
- Liant CL : la teneur en Fe ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu (sinon très faiblement), ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.
- Liant SL : la teneur en Fe ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Influence de l'aluminium Al

- Liant CP : il existe un lien directe entre la teneur en Al et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Moins il y'a du Al, plus le résidu est sulfureux et plus le remblai est résistant.
- Liant FA : plus le résidu initial contient du soufre, plus le remblai sera riche en Al et plus il sera résistant.
- Liant CL : la teneur en Al ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu (sinon très faiblement), ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.
- Liant SL : la teneur en Al ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Influence du silicium Si

- Liant CP : il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Si et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.
- Liant FA : il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Si et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.
- Liant CL : la teneur en Si ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.
- Liant SL : la teneur en Si ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.

Influence du magnésium Mg

- Liant CP : il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Mg et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.
- Liant FA : il ne semble pas exister un lien direct entre la teneur en Mg et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai.
- Liant CL : la teneur en Mg ne semble être ni liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu, ni à l'acquisition de la résistance par le remblai.
- Liant SL : la teneur en Mg semble être liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu et à l'acquisition de la résistance par le remblai.

8.2 RELATIONS MICROSTRUCTURALES DANS LES REMBLAIS EN PÂTE

8.2.1 Rôle des paramètres microstructuraux

Les paramètres structuraux qui serviront pour cette analyse sont la surface spécifique S_v (m^2/g) et la porosité totale au mercure nt_{Hg} (%). La surface spécifique mesure la finesse de division du remblai et la porosité totale au mercure quantifie le réseaux accessible au mercure. Le rôle des ces deux paramètres sur l'acquisition de la résistance UCS sera analysé.

Afin de ne pas alourdir le texte, une seule date de cure a été retenue pour cette analyse et qui est 119 jours de cure (UCS et paramètres structuraux obtenus après 119 jours de cure). Les différents graphes correspondant sont présentés en Annexe T. L'influence des paramètres S_v et nt_{Hg} sur la

valeur de UCS sera analysée pour chacun des quatre types de liant. Ces résultats montrent que la ou les plus forte(s) valeur(s) de :

- S_v sont observées dans les remblais LRD avec le liant CP ($> 21 \text{ m}^2/\text{g}$), HML avec le liant CP ($> 20 \text{ m}^2/\text{g}$) et LVT avec le liant SL ($\approx 19 \text{ m}^2/\text{g}$),
- nt_{Hg} sont observées dans les remblais HML avec les liants CP et FA ($> 46\%$), LRD avec le liant FA ($\approx 46\%$) et HML avec le liant CL ($\approx 46\%$).

a) Influence de la surface spécifique S_v

Liant CP : pour les trois remblais, la résistance UCS augmente quand la surface spécifique S_v augmente, et ceci en fonction du pourcentage de liant. Le remblai LRD qui s'hydrate mieux avec le liant CP possède les valeurs les plus élevées de S_v . Mais malgré le fait que le liant CP s'hydrate mieux dans le remblai LVT que dans le remblai HML, c'est ce dernier qui possède la surface spécifique S_v la plus élevée. Il n'existe donc pas de lien direct entre la valeur de S_v et la teneur initiale en soufre du résidu. Avec le liant CP, la surface spécifique S_v varie beaucoup avec le pourcentage de liant et il semble exister un lien direct entre S_v et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Plus S_v est élevé et plus le remblai est résistant.

Liant FA : pour les trois remblais la surface spécifique S_v ne varie pas beaucoup avec le pourcentage de liant et reste sensiblement la même. La résistance UCS du remblai LRD augmente quand S_v augmente et ceci, en fonction du pourcentage de liant. La surface spécifique S_v du remblai LVT varie très peu en fonction du pourcentage de liant sans que cela n'affecte l'acquisition de la résistance. Avec le liant FA, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la surface spécifique S_v .

Liant CL : la surface spécifique du remblai LRD est plus faible que celle des deux autres remblais et la surface spécifique du remblai LVT est plus faible que celle du remblai HML. On note que UCS augmente beaucoup quand S_v augmente faiblement. D'autre part, ces résultats montrent que plus le résidu est sulfureux, moins la valeur de S_v est élevée sans que cela ait un lien avec l'acquisition de la résistance. Avec le liant CL, l'acquisition de la résistance ne semble pas liée à la valeur de S_v . Cette valeur de S_v semble dépendre de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant SL : la surface spécifique S_v est beaucoup moins élevée pour le remblai LRD que pour le remblai LVT. Pour ce dernier, la résistance UCS augmente quand S_v augmente, et ce en fonction du pourcentage de liant. Avec le liant SL, l'acquisition de la résistance ne semble pas liée à la valeur de S_v . Cette valeur de S_v semble dépendre de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

b) Influence de la porosité totale nt_{Hg}

Liant CP : pour les trois remblais, la porosité totale au mercure nt_{Hg} varie en fonction du pourcentage de liant, donc de la résistance UCS. Le remblai LRD a une porosité totale $\leq 40\%$, le remblai LVT a une porosité totale $\leq 42\%$, tandis que le remblai HML a une porosité totale

comprise entre 43% et 47%. On constate que les remblais les plus résistants ont une plus faible porosité, mais il ne semble pas avoir de lien avec la teneur initiale en soufre du résidu. Avec le liant CP, la porosité totale au mercure nt_{Hg} varie avec le pourcentage de liant et il semble exister un lien direct entre nt_{Hg} et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Moins nt_{Hg} est élevé et plus le remblai est résistant.

Liant FA : la porosité totale nt_{Hg} varie en fonction du pourcentage de liant des trois remblais. Globalement, les remblais LRD et HML sont plus poreux ($\approx 46\%$) que le remblai LVT ($\approx 40\%$). Là également il ne semble pas y avoir de lien avec la teneur initiale en soufre du résidu. Avec le liant FA, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la porosité totale au mercure nt_{Hg} .

Liant CL : la porosité totale nt_{Hg} varie en fonction du pourcentage de liant des remblais LVT et HML. Ces remblais sont plus poreux (entre 41% et 46%) que le remblai LRD (entre 34% et 39%). Pour le remblai LVT, nt_{Hg} varie en fonction du pourcentage de liant tandis qu'il est proportionnel à la résistance UCS pour le remblai HML. On note aussi que plus le remblai est sulfureux (teneur initiale en soufre du résidu) et plus sa porosité est faible, sans qu'il n'y ait un lien direct avec l'acquisition de la résistance. Avec le liant CL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la porosité totale au mercure nt_{Hg} .

Liant SL : la porosité totale nt_{Hg} du remblai LVT varie en fonction du pourcentage de liant. Ce remblai est plus poreux (entre 42% et 44%) que le remblai LRD (entre 38% et 40%). On note là aussi que plus le remblai est sulfureux et plus sa porosité est faible, sans qu'il n'y ait un lien direct avec l'acquisition de la résistance UCS. Avec le liant SL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la porosité totale au mercure nt_{Hg} .

8.2.2 Synthèse des relations microstructurales dans le remblai en pâte

Influence de la surface spécifique S_v

- Liant CP : la surface spécifique S_v varie beaucoup avec le pourcentage de liant et il semble exister un lien direct entre S_v et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Plus S_v est élevé et plus le remblai est résistant.
- Liant FA : l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la surface spécifique S_v .
- Liant CL : l'acquisition de la résistance ne semble pas liée à la valeur de S_v qui semble dépendre de la teneur initiale en soufre dans le résidu.
- Liant SL : l'acquisition de la résistance ne semble pas liée à la valeur de S_v qui semble dépendre de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Influence de la porosité totale nt_{Hg}

- Liant CP : la porosité totale au mercure nt_{Hg} varie avec le pourcentage de liant et il semble exister un lien direct entre nt_{Hg} et l'acquisition de la résistance UCS par le remblai. Moins nt_{Hg} est élevé et plus le remblai est résistant.
- Liant FA : l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la porosité totale au mercure nt_{Hg} .
- Liant CL : l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la porosité totale au mercure nt_{Hg} .
- Liant SL : l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu ni de la valeur de la porosité totale au mercure nt_{Hg} .

8.3 RELATIONS PHYSICO-MÉCANIQUES DANS LES REMBLAIS EN PÂTE

8.3.1 Rôle des paramètres physiques

Les paramètres physiques qui serviront pour cette analyse sont les masses volumiques humide ρ_h (g/m^3) et sèche ρ_d (g/m^3), la teneur en eau massique w (%), le degré de saturation S_r , l'indice des vides e et la porosité calculée n . Le rôle de ces deux paramètres sur l'acquisition de la résistance UCS sera analysé. Pour ne pas alourdir le texte, une seule date de cure a été retenue pour cette analyse et qui est 91 jours de cure (UCS et paramètres physiques obtenus après 91 jours de cure). Les différents graphes correspondant sont présentés en Annexe U. L'influence de chacun de ces six paramètres sur la valeur de UCS sera analysée pour chacun des quatre types de liant.

a) Influence de la masse volumique humide ρ_h

Liant CP : la masse volumique humide ρ_h des trois remblais varie en fonction du pourcentage de liant. Cette variation n'est pas significative pour les remblais HML et LVT. Comme on pouvait s'attendre, la masse volumique humide du remblai HML est la plus faible (plus faible densité relative D_r du résidu) de celles des deux autres remblais. Le remblai LRD qui est le plus résistant est également le plus dense (le plus sulfureux). Avec le liant CP, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble pas être directement liée à la valeur de la masse volumique humide ρ_h ni même à la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant FA : la masse volumique humide ρ_h des trois remblais ne varie quasiment pas en fonction du pourcentage de liant et leur valeur reste à peu près le même qu'avec le liant CP. Avec le liant FA, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la valeur de la masse volumique humide ρ_h ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant CL : la masse volumique humide ρ_h du remblai LRD n'a pas pu être calculée (résistance nulle, éprouvette molle). La masse volumique humide des remblais LVT et HML ne varie quasiment pas en fonction du pourcentage de liant et leur valeur reste à peu près le même qu'avec

les liants CP et FA. Avec le liant CL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la valeur de la masse volumique humide ρ_h ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant SL : la masse volumique humide ρ_h des remblais LRD et LVT ne varie quasiment pas en fonction du pourcentage de liant et leur valeur reste à peu près le même qu'avec les liants CP et FA et CL. Avec le liant CL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la valeur de la masse volumique humide ρ_h ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

b) Influence de la masse volumique sèche ρ_d

Globalement les masses volumiques sèches ρ_d sont moins élevées que les masses volumiques humides ρ_h et ce pour les trois remblais. Chacune des valeurs de ρ_d dépend directement de la densité relative D_r du résidu initial est aussi celle du liant utilisé.

Liant CP : la masse volumique sèche ρ_d des trois remblais varie en fonction du pourcentage de liant. Cette variation est très faible pour les remblais HML et LVT. Le remblai LRD qui est le plus résistant est également le plus dense. Avec le liant CP, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble pas être directement liée à la valeur de la masse volumique sèche ρ_d ni même à la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant FA : la masse volumique sèche ρ_d des trois remblais ne varie quasiment pas en fonction du pourcentage de liant et leur valeur reste à peu près le même qu'avec le liant CP. Avec le liant FA, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la valeur de la masse volumique sèche ρ_d ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant CL : la masse volumique sèche ρ_d du remblai LRD n'a pas pu être calculée dû à sa résistance nulle. La masse volumique sèche des remblais LVT et HML ne varie quasiment pas en fonction du pourcentage de liant et leur valeur reste à peu près le même qu'avec les liants CP et FA. Avec le liant CL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la valeur de la masse volumique sèche ρ_d ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant SL : la masse volumique sèche ρ_d des remblais LRD et LVT ne varie quasiment pas en fonction du pourcentage de liant et leur valeur reste à peu près la même qu'avec les liants CP et FA et CL. Avec le liant CL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble dépendre ni de la valeur de la masse volumique sèche ρ_d ni de la teneur initiale en soufre dans le résidu.

c) Influence de la teneur en eau massique w

Liant CP : la teneur en eau massique w des trois remblais varie très nettement en fonction du pourcentage de liant. Pour chaque remblai, la résistance UCS décroît quand la teneur en eau massique augmente. Cette variation est très faible pour le remblai HML qui a les teneurs en eau les plus élevées. Le remblai LRD qui est le plus résistant a les plus faibles teneurs en eau. Avec le liant CP, plus la teneur en eau massique w est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant FA : la teneur en eau massique w des trois remblais varie également en fonction du pourcentage de liant. Pour chaque remblai, la résistance UCS décroît quand la teneur en eau massique augmente. Le remblai HML est celui qui a les teneurs en eau les plus élevées. Les remblais LRD et LVT qui sont les plus résistants ont les plus faibles teneurs en eau. Avec le liant FA, plus la teneur en eau massique w est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant CL : la résistance UCS du remblai LVT ne varie pas avec la teneur en eau massique w contrairement au remblai HML. Le remblai HML est celui qui a les teneurs en eau les plus élevées. Le remblai LVT qui est le plus résistant a les plus faibles teneurs en eau qui sont proches de celles du remblai LRD qui a une résistance nulle. Avec le liant CL, plus la teneur en eau massique w est faible et plus la résistance UCS est élevée et l'acquisition de la résistance ne semble pas liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant SL : la résistance UCS du remblai LVT varie très peu avec la teneur en eau massique w . Le remblai LVT qui est le plus résistant a des teneurs en eau très proches de celles du remblai LRD qui n'a aucune résistance mécanique. Avec le liant SL, plus la teneur en eau massique w est faible et plus la résistance UCS est élevée et l'acquisition de la résistance ne semble pas liée à la teneur initiale en soufre dans le résidu.

d) Influence du degré de saturation S_r

Liant CP : la résistance UCS des remblais LVT et HML décroît très nettement quand le degré de saturation S_r augmente. Ce comportement est similaire à celui observé avec la variation de la teneur en eau massique w . Par conséquent, plus S_r est faible et plus le remblai est résistant. Avec le liant CP, plus le degré de saturation S_r est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant FA : la résistance UCS des trois remblais décroît très nettement quand le degré de saturation S_r augmente. Avec le liant FA, plus le degré de saturation S_r est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant CL : la résistance UCS du remblai LVT ne varie pas avec le degré de saturation S_r contrairement au remblai HML. Avec le liant CL, plus le degré de saturation S_r est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant SL : la résistance UCS du remblai LVT varie très peu avec le degré de saturation S_r . Avec le liant SL, plus le degré de saturation S_r est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre du résidu.

e) Influence de l'indice des vides e

Liant CP : globalement, la résistance UCS des trois remblais décroît quand l'indice des vides e augmente. Cette variation qui est faible pour les remblais LVT et HML et plus importante pour le remblai LRD (le plus résistant) ne semble pas dépendre de la teneur initiale en soufre du résidu.

Avec le liant CP, plus l'indice des vides e est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre du résidu.

Liant FA : la résistance UCS des trois remblais décroît également quand l'indice des vides e augmente. Cette variation est faible pour le remblai LVT. Avec le liant FA, plus l'indice des vides e est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant CL : la résistance UCS du remblai LVT ne varie pas avec l'indice des vides e contrairement au remblai HML. Avec le liant CL, plus l'indice des vides e est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Liant SL : la résistance UCS du remblai LVT varie très peu avec l'indice des vides e . Avec le liant SL, plus l'indice des vides e est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y'ai un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

f) Influence de la porosité calculée n

L'influence de la porosité calculée (ou théorique) n est rigoureusement la même que celle de l'indice des vides e (cf. section e) ci-dessus), car ces deux paramètres sont dépendants.

8.3.2 Synthèse des relations physico-mécaniques dans le remblai en pâte

Influence de la masse volumique humide : pour tous les quatre types de liant CP, FA, CL et SL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble pas être directement liée à la valeur de la masse volumique humide ρ_h ni même à la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Influence de la masse volumique sèche : pour tous les quatre types de liant CP, FA, CL et SL, l'acquisition de la résistance mécanique ne semble pas être directement liée à la valeur de la masse volumique sèche ρ_d ni même à la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Influence de la teneur en eau massique : pour tous les quatre types de liant CP, FA, CL et SL, plus la teneur en eau massique w est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Influence du degré de saturation : pour tous les quatre types de liant CP, FA, CL et SL, plus le degré de saturation S_r est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y ai un lien avec la teneur initiale en soufre dans le résidu.

Influence de l'indice des vides et de la porosité calculée : pour tous les quatre types de liant CP, FA, CL et SL, plus l'indice des vides e ou la porosité n est faible et plus la résistance UCS est élevée et ceci, sans qu'il y ai un lien avec la teneur initiale en soufre du résidu.

8.4 ANALYSE STATISTIQUE DES DONNÉES

L'analyse statistique des données va permettre de déterminer les corrélations existant entre les différents paramètres déjà étudiés. La recherche de liaisons entre les différents paramètres peut se faire en

- calculant la corrélation entre deux paramètres,
- effectuant une analyse en composantes principales (ACP) à partir de paramètres constituant n dimensions de l'espace et permet de les discriminer,
- effectuant une analyse factorielle discriminante (AFD) qui est une technique de tri des observations de telle sorte que l'on puisse trouver des partitions constituées d'éléments semblables,
- effectuant une analyse factorielles des correspondances (AFC) qui est une technique d'analyse des fréquences.

Dans cette étude, seules les corrélations entre les paramètres et l'analyse en composantes principales (ACP) ont été effectuées en utilisant le logiciel JMP® 3.1 de *SAS Institute Inc.* (North Carolina, USA). Signalons que lorsque pour une raison ou pour une autre une ou plusieurs variables n'ont pas été mesurées pour un ou plusieurs échantillons, cet ou ces échantillon(s) ne seront présent en compte ni dans le calcul de la matrice des corrélations ni dans l'ACP par le logiciel JMP® 3.1. Ceci a pour conséquence de réduire le nombre d'échantillons contribuant dans le calcul des corrélations.

8.4.1 Définition des variables

Dans le langage statistique, une variable est une grandeur dont la valeur décrit un caractère donné. Une population est un ensemble d'observations ou d'échantillons décrite par les variables. Dans cette étude les variables à définir correspondent aux différents paramètres calculés, à savoir les paramètres chimiques, physiques, géotechniques et mécaniques. Mais tous les paramètres calculés ne seront pas prises en compte dans l'analyse statistique pour de nombreuses raisons.

- Dans la catégorie des *variables décrivant les éléments chimiques*, seuls les éléments chimiques dont la contribution évidente à l'hydratation des liants utilisés ont été retenus. C'est pourquoi les résultats de l'analyse géochimique en solution ont été ignorés (pH, Eh, conductivité etc.).
- Dans la catégorie des *variables décrivant les paramètres physiques et géotechniques*, les paramètres calculés pour la durée de cure de 14 jours n'ont pas été retenus. D'autre part, la porosité calculée n a été retenue au détriment de l'indice des vides e qui lui en est déduit. Ceci dans le but de comparer (si possible) la porosité calculée à la porosité au mercure. De la même manière, c'est plutôt la masse volumique sèche ρ_s qui a été retenue plutôt que la masse volumique humide ρ_h et ceci dans le but de la comparer à la densité relative.
- Dans la catégorie des *variables décrivant les paramètres mécaniques*, les paramètres calculés pour la durée de cure de 14 jours n'ont pas été retenus.

Un total de 33 variables décrivant les 33 paramètres physico-chimiques et mécaniques a été défini. Ces variables n'incluent pas 2 variables décrivant les paramètres c et ϕ pour lesquels nous ne disposons que de 8 observations obtenues à partir de 8 essais de compression triaxiale. À chacune des 33 variables sont associées 33 échantillons ou observations, parmi lesquels 9 échantillons comportent des valeurs manquantes (valeur non calculée). De ce fait il ne reste plus que 24 échantillons par variable, soit un total de 792 échantillons (24 x 33).

Dans une telle configuration il a semblé préférable de séparer les données en deux groupes distincts : le premier groupe comprenant tous les paramètres (sauf les paramètres c et ϕ), chacun ayant 24 observations (soit 33 variables) et le deuxième groupe prenant en compte les paramètres c et ϕ , chacun ayant seulement 8 observations (soit 35 variables). En clair, le premier groupe de données est décrit par 33 variables, chacune ayant 24 échantillons (soit un total de $24 \times 33 = 792$ échantillons). Le deuxième groupe est décrit par 35 variables, chacune ayant 8 échantillons (soit un total de $8 \times 35 = 280$ échantillons). Les deux groupes de données seront utilisés pour le calcul des matrices des corrélations mais seul le premier groupe sera utilisé pour l'analyse en composante principale. Les différentes variables qui ont été définies sont :

Variables décrivant les éléments chimiques

%S	pourcentage de soufre S dans le résidu initial
%Ca	pourcentage de calcium Ca dans le résidu initial
%Si	pourcentage de silicium Si dans le résidu initial
%Fe	pourcentage de fer Fe dans le résidu initial
%Al	pourcentage d'aluminium dans le résidu initial
%Mg	pourcentage de magnésium Mg dans le résidu initial
ppmCu	ppm (g/mL) de cuivre Cu dans le résidu initial
ppmZn	ppm (g/mL) de zinc Zn dans le résidu initial

Variables décrivant les paramètres physiques et géotechniques

%Liant	pourcentage de liant dans le remblai
DR	densité relative D_r du résidu initial
D10	diamètre des grains de résidu correspondant à 10% de passant (D_{10})
D50	diamètre des grains de résidu correspondant à 50% de passant (D_{50})
D90	diamètre des grains de résidu correspondant à 90% de passant (D_{90})
SS119	surface spécifique à la fois du résidu et des remblais après 119 jours de cure
MVS28	masse volumique sèche du remblai ρ_d après 28 jours de cure
MVS56	masse volumique sèche du remblai ρ_d après 56 jours de cure
MVS91	masse volumique sèche du remblai ρ_d après 91 jours de cure
W0	teneur en eau w initiale ou de mise en place du remblai
W28	teneur en eau w du remblai après 28 jours de cure
W56	teneur en eau w du remblai après 56 jours de cure
W91	teneur en eau w du remblai après 91 jours de cure
SR28	degré de saturation S_r du remblai après 28 jours de cure
SR56	degré de saturation S_r du remblai après 56 jours de cure
SR91	degré de saturation S_r du remblai après 91 jours de cure
N28	porosité calculée n du remblai après 28 jours de cure
N56	porosité calculée n du remblai après 56 jours de cure
N91	porosité calculée n du remblai après 91 jours de cure
NTHG	porosité totale au mercure nt_{Hg} du remblai après 119 jours de cure
NLHG	porosité libre au mercure nl_{Hg} du remblai après 119 jours de cure
NPHG	porosité piégée au mercure np_{Hg} du remblai après 119 jours de cure

Variables décrivant les paramètres mécaniques

UCS28	résistance à la compression uniaxiale UCS du remblai après 28 jours de cure
UCS56	résistance à la compression uniaxiale UCS du remblai après 56 jours de cure
UCS91	résistance à la compression uniaxiale UCS du remblai après 91 jours de cure
C	cohésion drainée du remblai au-delà de 90 jours de cure
PHI	angle de frottement ϕ du remblai au-delà de 90 jours de cure

8.4.2 Corrélations entre les variables

a) Généralités

La corrélation mesure la force ou le degré de relation linéaire entre deux variables. Pour deux variables x et y observées ou calculées, la corrélation est le rapport de la covariance S^2_{xy} de ces variables au produit de leur écart type S (racine carrée des variances S^2_{xx} et S^2_{yy}). La corrélation r_{xy} entre ces deux variables est donnée par la relation

$$r_{xy} = \frac{S^2_{xy}}{\sqrt{S^2_{xx} \cdot S^2_{yy}}} \tag{34}$$

avec

$$S^2_{xy} = \frac{\sum_{i=1}^{N-1} (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{N - 1} \tag{35}$$

$$S^2_{xx} = \frac{\sum_{i=1}^{N-1} (x_i - \bar{x})^2}{N - 1} \quad \text{et} \quad S^2_{yy} = \frac{\sum_{i=1}^{N-1} (y_i - \bar{y})^2}{N - 1} \tag{36}$$

où \bar{x} et \bar{y} sont les moyennes arithmétiques des N observations des variables x_i et y_i . Lorsqu'il existe une relation linéaire parfaite entre deux variables, la corrélation vaut 1 ou -1 suivant que les variables sont dépendant positivement ou négativement. Lorsqu'il n'existe pas de relation linéaire la corrélation tend vers zéro.

b) Résultats

La Figure 30 présente les deux matrices de corrélations des variables qui ont été calculées :

- la première matrice des corrélations est une matrice symétrique de 33 x 33 variables obtenue avec 24 x 33 échantillons (792 échantillons),
- la deuxième matrice des corrélations est une matrice symétrique de 35 x 35 variables obtenue avec 8 x 35 échantillons (soit 280 échantillons).

Dans ce qui suit nous considérons qu'une corrélation de $\pm 0,9$ est forte, de $\pm 0,8$ est très bonne, comprise entre $\pm 0,7$ et $\pm 0,6$ est bonne, et comprise entre $\pm 0,5$ et $\pm 0,4$ est significative.

A) - MATRICE DES CORRÉLATIONS DE 24 X 33 VARIABLES (PREMIÈRE MATRICE)

Variable pourcentage de liant: %Liant

%Liant est bien corrélé

- *positivement* avec
 - le pourcentage de calcium %Ca,
 - et la surface spécifique SS119.

Par conséquent, plus le pourcentage de liant est élevé et plus il y a du Ca dans le remblai et plus sa finesse est grande. Ceci est en relation directe avec l'hydratation des ciments,

%Liant est significativement corrélé

- *positivement* avec
 - la résistance à la compression uniaxiale UCS après 28 (court terme), 56 (moyen terme) et 91 (long terme) jours de cure. C'est-à-dire que plus le pourcentage de liant est élevé et plus le remblai est résistant.

Variable pourcentage de soufre: %S

%S est fortement corrélé

- *négativement* avec
 - le pourcentage de silicium %Si,
 - le pourcentage d'aluminium %Al,
 - et le diamètre correspondant à 10% du passant des grains de résidu (D10).

C'est-à-dire que plus il y a du soufre dans le résidu initial, moins il y a du silicium, de l'aluminium, et moins le diamètre des grains de la fraction fine du résidu est élevé.

- *positivement* avec
 - le pourcentage de fer %Fe,
 - le ppmCu,
 - la densité relative DR,
 - et la masse volumique sèche après 28, 56 et 91 jours de cure (MVS28, MVS56 et MVS91).

Ce qui veut dire que plus il y a du soufre, plus il y a du fer, du cuivre, plus le résidu ou le remblai est dense et plus la masse volumique du remblai est élevée. Ceci est en accord avec le fait que l'essentiel des sulfures dans le résidu est de la pyrite.

%S est très bien corrélé

- *négativement* avec
 - le diamètre correspondant à 50% du passant des grains de résidu (D50),
 - et les teneurs en eau massique du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56 et W91).

C'est-à-dire que plus il y a du soufre dans le résidu, moins le diamètre des grains de la fraction moyenne du résidu est élevé et moins le remblai contient de l'eau libre.

- *positivement* avec
 - le ppmZn, et cela signifie que plus il y a du soufre dans le résidu et plus il y a du zinc.

%S est bien corrélé

- *néativement avec*
- le diamètre correspondant à 90% du passant des grains de résidu (D90),
- la teneur en eau massique de mise en place W0,
- et la porosité totale au mercure (NTHG).

Ce qui veut dire que plus il y a du soufre dans le résidu, moins le diamètre des grains de la fraction grossière du résidu est élevé, moins le remblai contient initialement de l'eau libre et moins le réseau poreux du remblai est accessible au mercure.

%S est significativement corrélé

- *néativement avec*
- la porosité calculée après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91),
- et la porosité libre mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus il y'a du soufre dans le résidu, moins la porosité calculée du remblai est élevée (de même que l'indice des vides) et moins le réseau poreux est accessible au mercure.

- *positivement avec*
- la porosité piégée au mercure (NPHG). Ce qui veut dire que plus il y'a du soufre dans le résidu, plus le remblai a tendance à piger le mercure.

Variable pourcentage de calcium: %Ca**%Ca est significativement corrélé**

- *positivement avec*
- la surface spécifique SS119 qui décrit la finesse de division à la fois du résidu et du remblai. C'est-à-dire que plus le pourcentage de Ca est élevé (hydratation ou autre), plus la finesse de division du remblai est élevée (fortes propriétés colloïdales),
- *néativement avec*
- le degré de saturation à moyen et à long terme (SR56 et SR91). C'est-à-dire qu'à moyen et à long terme, plus il y a du Ca dans le remblai et moins les éprouvettes sont saturées en eau.

Variable pourcentage de silicium: %Si**%Si est fortement corrélé**

- *positivement avec*
- le pourcentage d'aluminium (%Al), signifiant que plus il y a du Si dans le résidu,
- les paramètres granulométriques D10, D50 et D90, signifiant que plus il y a du Si,
- la teneur en eau massique initiale W0 et les teneur en eau massique du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56 et W91).

Ce qui veut dire que plus il y a du silicium, plus il y a du Al, plus les diamètres des grains des résidus à 10%, 50% et 90% de passant sont élevés (grains fins à grossier), et plus le remblai contient de l'eau libre à court moyen et long terme.

- *néativement avec*
- le pourcentage de fer (%Fe),
- le cuivre (ppmCu), signifiant que plus il y a du Si dans le résidu,
- la densité relative DR, signifiant que plus il y a du Si et moins le remblai est dense,
- la masse volumique sèche du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (MVS28, MVS56 et MVS91).

Rapport principal

Ce qui veut dire plus il y a du Si dans le résidu, moins il y a du Fe et du Cu et moins le remblai est dense.

%Si est très bien corrélé

- *positivement avec*
- la porosité totale au mercure (NTHG), signifiant que plus il y a du Si et plus le réseau poreux est accessible au mercure.

%Si est bien corrélé

- *positivement avec*
- les porosités calculées du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91),
- et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus il y a du Si, plus la porosité calculée du remblai à court, à moyen et à long terme est élevée et plus le réseau poreux est accessible au mercure.

%Si est significativement corrélé

- *positivement avec*
- le degré de saturation à moyen terme, c'est-à-dire après 56 jours de cure (SR56). Ce qui veut dire qu'à moyen terme, plus il y a du silicium dans le résidu et plus le remblai est saturé.
- *négativement avec*
- le pourcentage de magnésium (%Mg)
- le zinc (ppmZn),
- et la porosité piégée au mercure NPHG,

Ce qui veut dire que plus il y a du Si dans le résidu, moins il y a du Mg et du Zn, et moins le remblai est apte à piéger le mercure.

Variable pourcentage d'aluminium: %Al%Al est fortement corrélé

- *négativement avec*
- le pourcentage de fer (%Fe),
- le ppmCu,
- la densité relative DR,
- et la masse volumique sèche du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (MVS28, MVS56 et MVS91).

Ce qui veut dire que plus il y a de l'aluminium dans le résidu, moins il y a du fer et du cuivre et moins le remblai est dense.

- *positivement avec*
- les paramètres granulométriques D10 et D50,
- et la teneur en eau massique après 56 et 91 jours de cure (W56 et W91).

Ce qui veut dire que plus il y a de l'aluminium dans le résidu, plus les diamètres des fractions fine et moyenne des grains du résidu sont élevés et plus la teneur en eau est élevée à moyen et à long terme.

%Al est très bien corrélé

- *positivement avec*

- le paramètre granulométrique D90,
- la teneur en eau massique de mise en place du remblai W0,
- et la teneur en massique du remblai à court terme (W28).

Cela signifie que plus il y a de l'aluminium dans le résidu, plus le diamètre de la fraction grossière des grains du résidu est élevé, et plus le remblai contient de l'eau libre à la mise en place et à court terme (après 28 jours de cure).

%Al est bien corrélé

- *négativement* avec
 - ppmZn, signifiant que plus il y a de l'aluminium dans le résidu, moins il y a du zinc dans le remblai.
- *positivement* avec
 - la porosité calculée après 56 et 91 jours de cure (N56 et N91),
 - et la porosité totale au mercure (NTHG).

Ce qui veut dire que plus il y a de l'aluminium dans le résidu, plus la porosité calculée du remblai à moyen et à long terme est élevée, plus le réseau poreux du remblai est inaccessible au mercure.

%Al est significativement corrélé

- *positivement* avec
 - le degré de saturation du remblai à moyen et à long terme (SR56 et SR91),
 - la porosité calculée après 28 jours de cure (N28),
 - et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus il y a de l'aluminium dans le résidu, plus le remblai est saturé à moyen et à long terme, plus la porosité calculée du remblai à court terme est élevée, plus le réseau poreux est librement accessible au mercure.

- *négativement* avec
 - et la porosité piégée au mercure (NPHG), signifiant ainsi que plus il y a du magnésium dans le résidu, moins le remblai est apte à piéger le mercure.

Variable pourcentage de magnésium: %Mg

%Mg est fortement corrélé

- *négativement* avec
 - la porosité calculée après 28 jours de cure (N28), signifiant que plus il y a du magnésium dans le résidu, moins la porosité calculée du remblai à court terme est élevée.

%Mg est très bien corrélé

- *négativement* avec
 - la porosité calculée après 56 et 91 jours de cure (N56 et N91), signifiant que plus il y a du magnésium dans le résidu, moins la porosité calculée du remblai à moyen et à long terme est élevée.

%Mg est bien corrélé

- *négativement* avec
 - le paramètre granulométrique D90,
 - la teneur en eau massique de mise en place du remblai W0,
 - la teneur en massique du remblai à court terme (W28),

– et le degré de saturation du remblai à court terme (SR28).

Ce qui veut dire que plus il y a du magnésium dans le résidu, moins le diamètre de la fraction grossière des grains du résidu est élevé, moins la teneur en eau du remblai à court terme est élevée et moins il est saturé.

%Mg est significativement corrélé

- *négativement avec*
- le ppmZn,
- le paramètre granulométrique D90,
- la teneur en eau massique après 91 jours de cure (W91),
- et la porosité totale au mercure (NTHG).

Ce qui veut dire que plus il y a du magnésium dans le résidu, moins il y a du zinc, moins le diamètre de la fraction grossière des grains du résidu est élevé, moins le remblai contient de l'eau libre à long terme et moins le réseau poreux est accessible par le mercure.

- *positivement avec*
- le pourcentage de fer (%Fe),
- et la masse volumique sèche après 28, 56 et 91 jours (MVS28, MVS56 et MVS91).

Ce qui veut dire que plus il y a du magnésium dans le résidu, moins il y a du fer, moins le remblai contient de l'eau libre à court, moyen et long terme.

Variable pourcentage de fer: %Fe

%Fe est fortement corrélé

- *positivement avec*
- le ppmCu,
- la densité relative DR,
- et la masse volumique sèche après 28, 56 et 91 jours de cure (MVS28, MVS56 et MVS91).

Ce qui veut dire que plus il y a du fer dans le résidu, plus il y a du cuivre, plus le remblai ou le résidu est dense.

- *négativement avec*
- les paramètres granulométriques D10, D50 et D90, signifiant que plus il y a du Fe et,
- la teneur en eau massique initiale W0,
- la teneur en eau massique après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56 et W91).

Ce qui veut dire que plus il y a du Fe, moins les diamètres des fractions fine, moyenne et grossière des grains du résidu sont élevés, moins le remblai contient de l'eau libre à court, moyen et long terme.

%Fe est très bien corrélé

- *négativement avec*
- la porosité totale au mercure (NTHG), signifiant que plus il y a du fer dans le résidu et moins le réseau poreux du remblai est accessible par le mercure.

%Fe est bien corrélé

- *négativement avec*

- la porosité calculée du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91). Ce qui veut dire que plus il y a du Fe et moins la porosité calculée du remblai à court et à long terme est élevée,
- et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus il y a du fer, la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée, moins le réseau poreux est accessible au mercure.

%Fe est significativement corrélé

- *négativement avec*
 - le degré de saturation du remblai après 56 jours de cure (SR56), signifiant que plus il y a du fer et moins le remblai est saturé à moyen terme.
- *positivement avec*
 - le ppmZn,
 - et la porosité piégée au mercure NPHG.

Ce qui veut dire que plus il y a du Fe, plus il y a du zinc et plus le remblai est apte à piéger le mercure.

Variable teneur en cuivre: ppmCu

ppmCu est fortement corrélé

- *positivement avec*
 - la densité relative du résidu DR,
 - la masse volumique sèche du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (MVS28, MVS56 et MVS91).
- Ce qui veut dire que plus il y a du cuivre dans le résidu, plus le remblai ou le résidu est dense.
- *négativement avec*
 - les paramètres granulométriques D10, D50 et D90,
 - la teneur en eau massique de mise en place du remblai W0,
 - la teneur en eau massique du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56 et W91).

Ce qui veut dire que plus il y a du cuivre dans le résidu, moins les diamètres des fractions fine, moyenne et grossière du résidu sont élevés, moins le remblai contient de l'eau libre à court, moyen et long terme.

ppmCu est bien corrélé

- *positivement avec*
 - le ppmZn, signifiant que plus il y a du cuivre, plus il y a du zinc.
- *négativement avec*
 - la porosité calculée du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91),
 - la porosité totale au mercure (NTHG),
 - et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus il y a du cuivre dans le résidu, moins la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée et moins le réseau poreux du remblai est accessible au mercure.

ppmCu est significativement corrélé

- *négativement avec*

le degré de saturation du remblai après 56 jours de cure (SR56), signifiant que plus il y a du cuivre dans le résidu, moins le remblai est saturé à moyen terme.

- *positivement avec*

la porosité piégée au mercure (NPHG), signifiant que plus il y a du cuivre dans le résidu, plus le remblai a tendance à piéger le mercure (faibles capacités de drainage).

Variable teneur en zinc: ppmZn**ppmZn est bien corrélé**

- *positivement avec*

– la densité relative du résidu DR,
– et la masse volumique sèche après 28, 56 et 91 jours de cure (MVS28, MVS56 et MVS91).

Ce qui signifie que plus il y a du zinc, plus le remblai ou le résidu est dense.

- *négativement avec*

– le paramètre de granulométrie D10, signifiant que plus il y a du zinc dans le résidu et moins le diamètre de la fraction fine des grains du résidu est élevé.

ppmZn est significativement corrélé

- *négativement avec*

– le paramètre granulométrique D50,
– la teneur en eau massique après 56 et 91 jours de cure (W56 et W91),
– et la porosité totale au mercure (NTHG).

Ce qui signifie que plus il y a du zinc, moins le diamètre de la fraction moyenne des grains du résidu est élevé, moins le remblai contient de l'eau libre à moyen et long terme et moins le réseau poreux du remblai est accessible au mercure.

Variable densité relative: DR**DR est fortement corrélé**

- *négativement avec*

– le paramètre granulométrique D10 et D50, indiquant que plus la densité du résidu est élevée et moins les diamètres des grains de ses fractions fine et moyenne est élevé.

- *positivement avec*

– la masse volumique sèche après 28, 56 et 91 jours de cure (MVS28, MVS56 et MVS91).
C'est-à-dire que plus le résidu est dense et plus le remblai est dense.

DR est très bien corrélé

- *négativement avec*

– le paramètre granulométrique D90,
– la teneur en eau massique initiale W0,
– la teneur en eau massique après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56 et W91).

Ce qui veut dire que plus le résidu est dense, moins le diamètre des grains de sa fractions grossière est élevé, et moins le remblai contient de l'eau libre.

DR est bien corrélé

- *négativement avec*

- la porosité totale au mercure NTHG, signifiant ainsi que plus le résidu est dense et moins le réseau poreux est accessible au mercure.

DR est significativement corrélé

- *négativement avec*

- le degré de saturation après 56 jours de cure (SR56),
- la porosité calculée après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91),
- et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui signifie que plus le résidu est dense, moins le remblai est saturé à moyen terme, moins la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée et moins le réseau poreux du remblai est librement accessible au mercure.

- *positivement avec*

- la porosité piégée au mercure (NPHG), signifiant que plus le résidu est dense, plus le remblai a tendance à piéger le mercure.

Variables granulométriques: D10, D50 et D90

- D10 est fortement corrélé positivement avec D50 et D90, indiquant que plus le diamètre des grains de la fraction fine du résidu est élevé, plus les diamètres des grains de ses fractions moyenne et grossière le sont également,
- D50 est fortement corrélé positivement avec D90, signifiant que plus le diamètre de la fraction moyenne des grains du résidu est élevé, plus le diamètre de sa fraction grossière l'est également.

D10, D50 et D90 sont fortement corrélés

- *positivement avec*

- la teneur en eau massique initiale W0,
- et la teneur en eau massique après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56 et W91).

Ce qui signifie que plus les diamètres des fractions fine, moyenne et grossière du résidu sont élevés et plus le remblai contient de l'eau libre.

- *négativement avec*

- la masse volumique sèche du remblai après 28, 56 et 91 jours (MVS28, MVS56 et MVS91).
Ce qui veut dire que plus les diamètres des fractions fine, moyenne et grossière du résidu sont élevés, moins le remblai est dense.

D10, D50 et D90 sont très bien corrélés

- *positivement*

- D90 est très bien corrélé avec la porosité calculée après 28 et 56 jours de cure (N28 et N56),
- D50 et D90 sont très bien corrélés avec N91,
- D50 est très bien corrélé avec la porosité totale au mercure (NTHG).

Ce qui veut dire que plus les diamètres des grains du résidu sont importants, plus la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée, plus le réseau poreux du remblai est accessible au mercure.

D10, D50 et D90 sont bien corrélés

- *positivement*

Rapport principal

- D10 et D50 sont bien corrélés avec la porosité calculée du remblai à court et à long terme (N28 et N91),
- D10 est bien corrélé avec la porosité calculée à long terme (N91),
- D10 et D90 sont bien corrélés avec la porosité totale au mercure (NTHG),
- et D10, D50 et D90 sont bien corrélés avec la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus les diamètres des grains du résidu sont importants, plus la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée, et plus le réseau poreux est facilement accessible au mercure.

D10, D50 et D90 sont significativement corrélés▪ *positivement*

- D50 et D90 sont corrélés avec le degré de saturation du remblai après 28 jours de cure (SR28),
- D10, D50 et D90 sont bien corrélés avec le degré de saturation du remblai après 56 jours de cure (SR56).

Ce qui signifie que plus les diamètres des grains du résidu sont grands, plus le remblai est saturé à court et à moyen terme.

▪ *négativement*

- D10, D50 et D90 sont corrélés avec la porosité piégée au mercure NPHG, signifiant que plus les diamètres des fractions fine, moyenne et grossière du résidu sont élevés et moins le remblai est apte à piéger le mercure.

Variable surface spécifique: SS119SS119 est positivement▪ *bien corrélé avec*

- la résistance à la compression uniaxiale à court terme (UCS28), signifiant ainsi que plus le résidu ou le remblai ont une grande finesse, plus le remblai acquiert de la résistance mécanique à court terme.

▪ *corrélé significativement avec*

- la résistance en compression uniaxiale à moyen et à long terme (UCS56 et UCS91). Ce qui veut dire que plus la finesse du résidu ou du remblai est grande et plus le remblai acquiert de la résistance mécanique à moyen et à long terme.

SS119 est négativement▪ *corrélé significativement avec*

- le degré de saturation du remblai à long terme (SR91), signifiant ainsi que plus la finesse du résidu ou du remblai est grande, moins le remblai est saturé à long terme.

Variables masses volumiques sèches: MVS28, MVS56 et MVS91

- MVS28 est fortement corrélé positivement avec MVS56 et MVS91, indiquant que plus la masse volumique du remblai à court terme est élevée, plus sa masse volumique à moyen et à long terme est élevée également.
- MVS56 est fortement corrélé positivement avec MVS91, signifiant que plus la masse volumique du remblai à moyen terme est élevée, plus sa masse volumique à long terme est également élevée.

MVS28, MVS56 et MVS91 sont fortement corrélés

- *néativement* avec
 - la teneur en eau massique initiale W0,
 - et la teneur en eau massique après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56 et W91).

Ce qui signifie que plus la masse volumique du remblai est élevée, plus le remblai contient de l'eau libre.

MVS28, MVS56 et MVS91 sont bien corrélés

- *néativement* avec
 - la porosité calculée après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91),
 - la porosité totale au mercure (NTHG),
 - et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus la masse volumique du remblai est élevée, plus la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée, plus le réseau poreux du remblai est facilement accessible au mercure.

MVS28, MVS56 et MVS91 sont significativement corrélés

- *positivement* avec
 - la porosité piégée au mercure (NPHG), signifiant que plus la masse volumique du remblai est élevée, plus le remblai a tendance à piéger le mercure en son sein.
- *néativement* avec
 - le degré de saturation du remblai à moyen terme (SR56), ceci se justifiant par le fait que plus la masse volumique du remblai est élevée, moins il est saturé à moyen terme.

Variable teneur en eau massique initiale : W0W0 est fortement corrélé

- *positivement* avec
 - la teneur en eau massique du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (W28, W56, W91). Ce qui veut dire que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, plus le remblai contient de l'eau libre à court, moyen et long terme.

W0 est très bien corrélé

- *positivement* avec
 - la porosité calculée du remblai après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91), signifiant ainsi que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, plus la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée.

W0 est bien corrélé

- *positivement* avec
 - la porosité totale au mercure (NTHG) et la porosité libre au mercure (NLHG). Ce qui veut dire que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, plus le réseau poreux du remblai est facilement accessible au mercure.

W0 est significativement corrélé

- *positivement* avec

Rapport principal

- le degré de saturation du remblai après 28 et 56 jours de cure (SR28 et SR91), signifiant ainsi que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, plus le remblai est saturé à court et moyen terme.
 - *négativement avec*
- la porosité piégée au mercure (NPHG), ceci s'expliquant par le fait que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, moins le remblai est apte à piéger le mercure (réseau capillaire).

Variables teneur en eau massique: W28, W56 et W91

- W28 est fortement corrélé positivement avec W56 et W91, indiquant que plus la teneur en eau massique du remblai à court terme est élevée, plus il contient de l'eau libre à moyen et à long terme.
- W56 est fortement corrélé positivement avec W91, signifiant que plus la teneur en eau du remblai à moyen terme est élevée, plus il contient de l'eau libre à long terme.

W28, W56 et W91 sont très bien corrélés

- *positivement avec*
- la porosité calculée du remblai 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91). Ce qui signifie que plus la teneur en eau massique du remblai est élevée, plus sa porosité calculée est élevée à court, moyen et long terme.

W28, W56 et W91 sont bien corrélés

- *positivement avec*
- la porosité totale au mercure (NTHG), ce qui veut dire que plus la teneur en eau massique du remblai est élevée, plus le réseau poreux du remblai est accessible au mercure.

W28, W56 et W91 sont significativement corrélés

- *négativement avec*
- la porosité piégée au mercure (NPHG), signifiant que plus la teneur en eau massique du remblai est élevée, moins le remblai est apte à piéger le mercure.
- *positivement avec*
- le degré de saturation du remblai à court, moyen et long terme (SR28, SR56 et SR91)
- la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus la teneur en eau du remblai est élevée, plus le remblai est saturé à court, moyen et long terme et plus le réseau poreux est librement accessible au mercure.

Variables degré de saturation: SR28, SR56 et SR91

- SR28 est bien corrélé positivement avec SR56 et SR91, indiquant que plus le degré de saturation du remblai à court terme est élevé, plus le remblai est saturé à moyen et à long terme.
- SR56 est bien corrélé positivement avec SR91, signifiant que plus le degré de saturation du remblai à moyen terme est élevé, plus le remblai est saturé à long terme.

SR28 et SR56 sont significativement corrélés

- *positivement avec*
- la porosité calculée du remblai 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91),
- et la porosité totale au mercure (NTHG).

Ce qui signifie que plus le degré de saturation du remblai à court et à moyen terme est élevé, plus sa porosité calculée est élevée à court, moyen et long terme, et plus le réseau poreux est accessible au mercure.

SR91 est significativement corrélés

- *négativement avec*
- la résistance à la compression uniaxiale à moyen et à long terme (UCS56 et UCS91). Ce qui veut dire que plus le degré de saturation à long terme du remblai est élevé, moins le remblai acquiert de la résistance à moyen et à long terme.

Variables porosités calculées: N28, N56 et N91

- N28 est fortement corrélé positivement avec N56 et N91, indiquant que plus la porosité calculée du remblai à court terme est élevée, plus sa porosité calculée à moyen et à long terme est élevée.
- N56 est fortement corrélé positivement avec N91, signifiant que plus la porosité calculée du remblai à moyen terme est élevée, plus sa porosité calculée à long terme est élevée.

N28, N56 et N91 sont significativement corrélés

- *positivement avec*
- la porosité totale au mercure (NTHG),
- et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui signifie que plus la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée, plus les porosités totale et piégée sont élevées, et plus le réseau poreux est facilement accessible au mercure.

- *négativement avec*
- la porosité piégée au mercure (NPHG). Ce qui veut dire plus la porosité calculée à court, moyen et long terme du remblai est élevée, moins la porosité piégée est élevée et moins le remblai est apte à piéger le mercure.

N91 est significativement corrélés

- *négativement avec*
- la résistance à la compression uniaxiale à court, moyen et à long terme (UCS28, UCS56 et UCS91). Ce qui veut dire que plus la porosité calculée (et aussi l'indice des vides) à long terme du remblai est élevée, moins sa résistance à court, moyen et long terme est élevée.

Variables porosité au mercure: NTHG, NLHG et NPHG

- La porosité totale au mercure (NTHG) est significativement corrélée positivement avec la porosité libre au mercure (NLHG) et négativement avec la porosité piégée au mercure (NPHG). Ce qui veut dire que plus la porosité totale du remblai en pâte accessible au mercure est élevée et plus la porosité libre au mercure (définissant un réseau de capillaires) est élevée et plus les capacités de drainage du remblai sont élevées.

- La porosité libre au mercure (NLHG) est fortement corrélée négativement avec la porosité piégée au mercure (NPHG). Ce qui veut dire que plus la porosité libre au mercure est élevée, moins la porosité piégée est élevée et moins le remblai est apte à piéger le mercure.

Variables résistance à la compression uniaxiale: UCS28, UCS56 et UCS91

- La résistance à la compression uniaxiale à court terme (UCS28) du remblai en pâte est très bien corrélée positivement avec celles à moyen et à long terme (UCS56 et UCS91). Ce qui veut dire que plus la résistance mécanique à court terme du remblai est élevée, plus sa résistance à moyen et à long terme est élevée également.
- La résistance à la compression uniaxiale à moyen terme (UCS56) du remblai en pâte est très bien corrélée positivement avec la résistance à long terme (UCS91). Ce qui veut dire que plus la résistance mécanique à moyen terme du remblai est élevée, plus sa résistance à long terme est élevée également.

B) - MATRICE DES CORRÉLATIONS DE 8 X 35 VARIABLES (DEUXIÈME MATRICE)

On observe globalement les mêmes tendances malgré le nombre très réduit des échantillons. Rappelons en effet que la première matrice des corrélations a été obtenue avec 792 échantillons (24 x 33 échantillons) tandis que cette deuxième matrice des corrélations est obtenue avec seulement 280 échantillons (8 x 35 échantillons), soit une différence de 512 échantillons.

Variable pourcentage de liant: %Liant

%Liant n'est plus corrélé ni avec le pourcentage de calcium %Ca ni avec la surface spécifique SS119. On note surtout que %Liant est significativement corrélé positivement avec la cohésion du remblai en pâte. Plus le pourcentage de liant est élevé, plus la cohésion du remblai est forte.

Variable pourcentage de soufre: %S

On observe globalement les mêmes types de corrélations que pour la première matrice des corrélations mis à part le fait que %S n'est plus corrélé avec les porosités calculées du remblai après 28, 56 et 91 jours (N28, N56 et N91) et avec la porosité piégée au mercure (NPHG).

Variable pourcentage de calcium: %Ca

On observe que %Ca n'est plus corrélé avec le degré de saturation du remblai à moyen et à long terme (SR56 et SR91), mais devient significativement corrélé négativement avec le pourcentage de magnésium (%Mg). Ce qui veut dire que plus il y a du Ca dans le résidu, plus il y a du magnésium.

Variable pourcentage de silicium: %Si

On observe que %Si n'est plus corrélé avec %Mg, SR56 et NPHG. On note surtout que %Si devient significativement corrélé positivement avec le degré de saturation du remblai à long terme (SR91) et l'angle de frottement (PHI). Ce qui veut dire que plus il y a du Si, plus le remblai est saturé après 91 jours de cure et plus l'angle de frottement est grand.

Variable pourcentage d'aluminium: %Al

On observe que %Al n'est plus corrélé avec SR56 et NPHG.

Variable pourcentage de magnésium: %Mg

On observe que %Mg n'est plus corrélé avec %Fe, D50, MVS28, MVS56, MVS91 et NTHG. Par contre, %Mg devient

- *très bien corrélé négativement avec*
- le degré de saturation après 56 et 91 jours de cure (SR56 et SR91), signifiant que plus il y a du Mg, moins le remblai est saturé après 56 et 91 jours de cure.
- *bien corrélé positivement avec*
- la résistance à la compression uniaxiale après 56 et 91 jours de cure (UCS56 et UCS91),
- la cohésion du remblai.

Ce qui signifie que plus il y a du Mg dans le remblai, plus le remblai est résistant après 56 et 91 jours, et plus sa cohésion est forte.

- *significativement corrélé négativement avec*
- l'angle de frottement PHI, signifiant que plus il y a du Mg, moins l'angle de frottement du remblai est grand.

Variable pourcentage de fer: %Fe,

On observe que %Fe n'est plus corrélé avec SR56 et NPHG, mais devient négativement bien corrélé avec le degré de saturation SR91 et significativement avec l'angle de frottement PHI. Ce qui veut dire que plus il y a du fer, moins le remblai est saturé après 91 jours de cure, et moins son angle de frottement est grand.

Variable teneur en cuivre: ppmCu

On observe que ppmCu n'est plus corrélé avec SR56 et NPHG, mais devient significativement corrélé négativement avec le degré de saturation après 91 jours de cure (SR91). Ce qui veut dire que plus il y a du Cu dans le résidu, moins le remblai est saturé après 91 jours de cure.

Variable teneur en cuivre: ppmZn

On observe que ppmZn devient significativement corrélé négativement avec

- le paramètre granulométrique D90,
- la teneur en eau massique de mise en place du remblai W0,
- la teneur en eau massique du remblai à court terme (W28),
- et la porosité libre au mercure (NLHG).

Ce qui veut dire que plus il y a du zinc dans le résidu, moins le diamètre correspondant à 90% de passant des grains du résidu est grand, moins le remblai contient de l'eau libre à court terme (de 0 à 28 jours de cure) et moins le réseau poreux est facilement accessible au mercure injecté.

Variable densité relative: DR

On observe que DR n'est plus corrélé avec SR56, N28, N56, N91 et NPHG.

Variation granulométriques: D10, D50 et D90

On observe que

- ◆ D10 n'est plus corrélé avec SR56 et NPHG, mais devient significativement corrélé positivement avec SR91 et l'angle de frottement PHI. Ce qui veut dire que plus le diamètre correspondant à 10% de passant des grains du résidu est grand, plus le remblai est saturé après 91 jours de cure et plus son angle de frottement est grand.

Rapport principal

◆ D50 n'est plus corrélé avec SR28, SR56 et NPHG, mais devient significativement corrélé positivement avec

- le degré de saturation après 91 jours de cure (SR91),
- et l'angle de frottement PHI.

Ce qui veut dire que plus le diamètre correspondant à 50% de passant des grains du résidu est grand, plus le remblai est saturé après 91 jours de cure, et plus son angle de frottement est grand.

négalement avec

- la résistance à la compression uniaxiale après 56 et 91 jours de cure (UCS56 et UCS91),
- et la cohésion C du remblai.

Ce qui veut dire que plus le diamètre correspondant à 50% de passant des grains du résidu est grand, moins le remblai est résistant après 56 et 91 jours de cure, et moins sa cohésion est forte.

◆ D90 n'est plus corrélé avec NLHG et NPHG, mais devient bien corrélé positivement

le degré de saturation après 91 jours de cure (SR91), signifiant que plus le diamètre correspondant à 90% de passant des grains du résidu est grand, plus le remblai est saturé à long terme.

significativement corrélé négativement

- la résistance à la compression uniaxiale après 56 et 91 jours de cure (UCS56 et UCS91),
- et la cohésion C du remblai.

Ce qui veut dire que plus le diamètre correspondant à 90% de passant des grains du résidu est grand, moins le remblai est résistant après 56 et 91 jours de cure, et moins sa cohésion est forte.

significativement corrélé positivement

- l'angle de frottement PHI, signifiant que plus le diamètre correspondant à 90% de passant des grains du résidu est grand, plus l'angle de frottement du remblai est grand.

Variable surface spécifique: SS119

On observe que SS119 n'est plus corrélé SR91, UCS56 et UCS91, mais par contre devient significativement corrélé

négalement avec

- le degré de saturation après 56 jours de cure (SR56),
- la porosité piégée au mercure (NPHG),
- et l'angle de frottement PHI.

Ce qui veut dire que plus la finesse du résidu ou du remblai en pâte est élevée, moins le remblai est saturé après 56 jours de cure, moins le remblai est apte à piéger le mercure et moins son angle de frottement est grand.

positivement avec

- la porosité libre au mercure (NLHG), signifiant que plus la finesse du résidu ou du remblai en pâte est élevée, plus le réseau poreux du remblai est librement accessible au mercure.

Variables masses volumiques sèches: MVS28, MVS56 et MVS91

On observe que MVS28, MVS56 et MVS91 ne sont plus corrélés avec SR56 et NPHG, mais deviennent significativement corrélés négativement avec SR91 et PHI. Ce qui veut dire que plus le remblai est dense, moins il est saturé à moyen terme (après 56 jours de cure) et moins son angle de frottement est grand.

Variable teneur en eau massique initiale: W0

On observe que W0 n'est plus corrélé avec NLHG et NPHG, mais devient bien corrélé positivement avec

- le degré de saturation après 91 jours de cure (SR91), signifiant que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, plus le remblai est saturé à long terme.

significativement corrélé négativement avec

- la résistance à la compression uniaxiale après 56 et 91 jours de cure (UCS56 et UCS91),
- et la cohésion C du remblai.

Ce qui veut dire que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, moins le remblai est résistant après 56 et 91 jours de cure, et moins sa cohésion est forte.

significativement corrélé positivement avec

- l'angle de frottement PHI, signifiant que plus la pâte fraîche de remblai contient de l'eau libre, plus l'angle de frottement du remblai est grand.

Variables teneur en eau massique: W28, W56 et W91

On observe que W28, W56 et W91 ne sont plus corrélés avec NLHG et NPHG, mais deviennent significativement corrélés négativement avec

- la résistance à la compression uniaxiale après 56 et 91 jours de cure (UCS56 et UCS91),
- la cohésion C du remblai.

Ce qui veut dire que plus le remblai contient de l'eau libre, moins sa résistance après 56 et 91 jours de cure est forte, et moins sa cohésion est forte.

significativement corrélés positivement avec

- l'angle de frottement PHI, signifiant que plus le remblai contient de l'eau libre, plus son angle de frottement est grand.

Variables degrés de saturation: SR28, SR56 et SR91

On observe que SR28 et SR91 ne sont plus corrélés avec NTHG, mais SR91 devient fortement corrélé positivement avec

- la porosité calculée après 28, 56 et 91 jours de cure (N28, N56 et N91), signifiant que plus le remblai est saturé après 91 jours de cure, plus sa porosité calculée à court, moyen et long terme est élevée.

D'autre part, SR28, SR56 et SR91 sont bien corrélés

négativement avec

- la résistance à la compression uniaxiale après 56 et 91 jours de cure (UCS56 et UCS91),
- la cohésion C du remblai.

Ce qui veut dire que plus le remblai est saturé à court, moyen ou long terme, moins sa résistance après 56 et 91 jours de cure est forte, et moins sa cohésion est forte.

positivement avec

- l'angle de frottement PHI, signifiant que plus le remblai est saturé à court, moyen ou long terme, plus son angle de frottement est grand.

Variables porosités calculées: N28, N56 et N91

On observe que N28, N56 et N91 ne sont plus corrélés avec les porosités au mercure NTHG, NLHG et NPHG, et N91 n'est plus corrélé avec UCS28.

On note que N28 et N56 deviennent bien corrélés négativement avec la résistance à la compression uniaxiale après 56 et 91 jours de cure (UCS56 et UCS91), signifiant que plus la porosité calculée du remblai à court et moyen terme est élevée, moins il est résistant à moyen et à long terme.

N28, N56 et N91 sont bien corrélés

négativement avec

- la cohésion C du remblai, signifiant que plus la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée, moins sa cohésion est forte.

positivement avec

- l'angle de frottement PHI, signifiant que plus la porosité calculée du remblai à court, moyen et long terme est élevée, plus son angle de frottement est grand.

Variables porosité au mercure: NTHG, NLHG et NPHG

On observe que NTHG n'est plus corrélé avec NPHG. Mais on note que

- NLHG devient bien corrélé positivement avec la résistance mécanique à court terme (UCS28) et significativement corrélé positivement avec la résistance mécanique à moyen et à court terme (UCS56 et UCS91) et la cohésion C du remblai. Ce qui veut dire que plus la porosité librement accessible au mercure est élevée (grande capacité de drainage), plus la résistance mécanique à court, moyen et long terme du remblai est élevée, et plus sa cohésion est forte.
- NPHG devient bien corrélé négativement avec la résistance mécanique à court terme (UCS28) et significativement corrélé négativement avec la résistance mécanique à moyen et long terme (UCS56 et UCS91) et la cohésion C du remblai, et positivement avec l'angle de frottement PHI. Ce qui veut dire que plus la porosité piégée par le mercure est élevée (faible capacité de drainage), moins la résistance à court, moyen et long terme du remblai est élevée, moins sa cohésion est forte et plus son angle de frottement est grand.

Variables résistances à la compression uniaxiale: UCS28, UCS56 et UCS91

on observe que UCS28, UCS56 et UCS91 sont fortement et bien corrélés

- positivement avec la cohésion C du remblai,
- et négativement avec l'angle de frottement PHI.

Ce qui veut dire que plus le remblai est résistant (UCS élevé), plus sa cohésion est forte et moins son angle de frottement est grand.

Variable cohésion: C

On observe que la cohésion C est bien corrélée négativement avec l'angle de frottement PHI, signifiant que plus le remblai est cohésif, moins son angle de frottement est élevé.

8.4.3 Analyse en composante principale (ACP)

a) Généralités

Lorsque l'on veut visualiser la répartition de nombreuses variables corrélées entre elles, on peut utiliser l'analyse en composantes principales (ACP) pour montrer les directions principales de données multidimensionnelles. D'où parfois le nom d'analyse multivariées. On comprend donc que l'ACP permet de réduire les dimensions d'un ensemble de données. Cela signifie qu'il faudrait trouver le moyen de structurer la totalité des données pour avoir le peu de variables possibles (groupes de variables).

L'ACP est donc une technique qui permet d'effectuer des combinaisons linéaires des variables initiales de telle sorte que la première composante principale prenne en compte le maximum de variation, la seconde composante principale qui est perpendiculaire à la première, ait la deuxième variation la plus importante et ainsi de suite.

Les composantes principales sont obtenues à partir de la décomposition des valeurs propres de la matrice des corrélations des variables. Les valeurs propres représentent la partition de la variation totale de l'échantillon multivarié et montrent la variance de chaque composante principale. Les coordonnées des composantes principales sont obtenues par la combinaison linéaire des vecteurs propres des variables.

Lorsque les valeurs des échantillons sont centrées et réduites, l'ACP qui en résulte est dite normée et elle est le plus souvent utilisée dans la pratique et exploitée à des fins descriptives. Bien que l'ACP normée soit une technique de tri des variables, elle permet parfois de discriminer des groupes de variables. Les résultats de l'ACP sont présentés dans des plans dont les axes sont appelés axes factoriels. L'origine du plan factoriel correspond au centre de gravité des échantillons. En général, les trois ou quatre premiers axes factoriels suffisent pour décrire les données multivariées.

Dans ce type de représentation, les variables sont réparties dans un cercle de corrélation de rayon unité et centré sur l'origine du plan factoriel. Les coordonnées des variables dans le cercle sont telles que la valeur du produit scalaire des vecteurs joignant l'origine à deux variables est le coefficient de corrélation entre ces variables.

Dans un plan factoriel ou un cercle de corrélation donné,

- une variable est d'autant mieux expliquée qu'elle est proche du bord du cercle de corrélation et d'autant moins bien expliquée qu'elle est proche de l'origine ou du centre,
- deux variables bien expliquées et représentées l'une proche de l'autre sont en relation "normale"
- deux variables bien expliquées et représentées l'une proche à l'opposé de l'autre sont en relation "inverse",
- deux variables bien expliquées et représentées l'une proche à 90° de l'autre par rapport à l'origine sont indépendantes,
- la position des groupes de variables par rapport aux axes factoriels permet d'attribuer un sens physique aux facteurs.

b) Résultats

Le Tableau 70 présente les résultats des calculs de l'ACP normée concernant les quatre premiers axes factoriels expliquant la variabilité des paramètres étudiés. Ce tableau montre que le premier axe factoriel explique 60% de la variabilité totale des paramètres étudiés, le deuxième axe explique 14%, le troisième axe explique 11% et le quatrième axe explique 6% de la variabilité totale. En pourcentage cumulé on voit que les trois premiers axes expliquent 85% de la variabilité totale des paramètres étudiés. De ce fait nous ne nous intéresserons qu'à ces trois premiers axes.

Afin de mieux analyser les résultats de l'ACP normée, la répartition des variables sera observée dans des plans factoriels ou cercles de corrélation. Ainsi, trois plans factoriels seront formés à partir des trois premiers axes principaux. Ces trois axes vont former le plan factoriel 1-2 (axe 1, axe 2) et le plan factoriel 2-3 (axe 2, axe 3). Dans chacun de ces plans factoriels sont reportées à la fois les positions des variables et des échantillons, rendant ainsi la possibilité d'associer les échantillons aux groupes de variables.

Tableau 70. – Résultats de l'ACP normée pour les quatre premiers axes principaux

	Axe 1	Axe 2	Axe 3	Axe 4
Valeurs propres	19,8961	4,7061	3,5623	1,9117
Pourcentage (%)	60,2914	14,2609	10,7949	5,7931
% cumulé	60,2914	74,5523	85,3472	91,1403

Plan factoriel 1-2

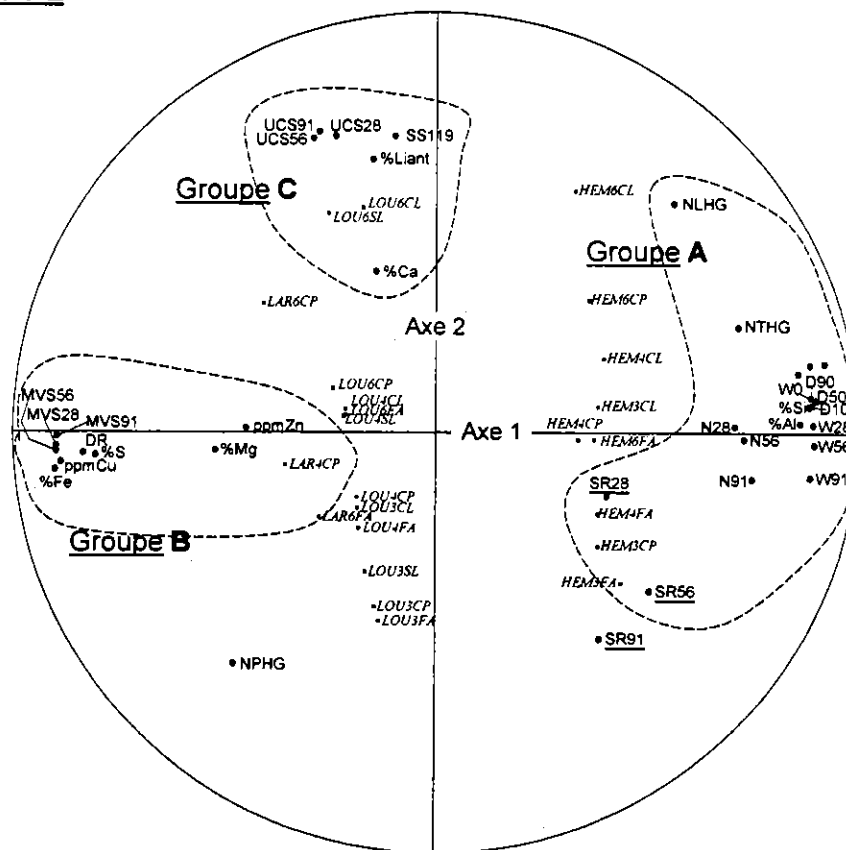


Figure 31. – Cercle des corrélations des variables dans le plan factoriel 1-2

La Figure 31 présente la répartition des variables dans le plan factoriel formé par les axes 1 et 2. Sur cette figure on observe que trois groupes de variables se distinguent nettement et ont été nommés A, B et C.

AXE 1

Sur l'axe 1 on observe que les variables du groupe A (SR28, SR56, N28, N56, N91, NTHG, NLHG, W0, W28, W56, W91, D10, D50, D90, %Si et %Al) sont très bien expliquées et sont en relation normale. C'est-à-dire que toutes ces variables sont dépendant les uns des autres dans le résidu ou le remblai en pâte et varient dans le même sens. À l'opposé du groupe A est positionné le groupe B composé des variables MVS28, MVS56, MVS91, DR, %S, %Fe, %Mg, ppmCu et ppmZn qui sont également bien expliquées par cet axe et sont également en relation normale. On peut donc dire que les variables des groupes A et B sont en relation opposée ou inverse, c'est-à-dire que les variables du groupe A varient dans le sens contraire des variables du groupe B.

À l'exception des variables décrivant les éléments chimiques, toutes les autres variables expliquées par l'axe 1 décrivent essentiellement les propriétés physiques et géotechniques du résidu et du remblai en pâte. Toutes les variables chimiques, à l'exception du calcium (%Ca), sont réparties entre les groupes A et B, à savoir %S, %Fe, %Mg, %Al, %Si, ppmCu et ppmZn.

- Le groupe A caractérise les propriétés physiques et géotechniques du résidu et du remblai en pâte (granulométrie, porosité et indice des vides, teneur en eau massique et degré de saturation). L'importance de ces propriétés semblent dépendre de la présence de l'aluminium (%Al) et du silicium (%Si) dans le résidu initial.
- Le groupe B caractérise surtout la masse ou la densité du résidu et du remblai en pâte. L'importance de cette masse ou densité semble étroitement liée à la présence du soufre (%S), du fer (%Fe), du magnésium (%Mg), du cuivre (ppmCu) et du zinc (ppmZn) dans le résidu initial.

De toutes ces observations, le sens physique que l'on peut attribuer à l'axe 1 est qu'il caractérise les *propriétés physico-chimiques et géotechniques* du résidu et du remblai. La représentation des échantillons dans le cercle des corrélations permet de noter que les échantillons les plus denses (résidus LRD = 3.8 et LVT = 3.3) sont du côté du groupe B tandis que les échantillons les moins denses (résidus HML = 2,9) sont du côté opposé, c'est-à-dire du côté du groupe A.

Ces deux ensembles d'échantillons sont répartis par rapport à l'axe vertical (axe 2). D'autre part, on peut dire que les échantillons du résidu HML sont plus sensibles à la variation des propriétés physiques et géotechniques que les échantillons des résidus LRD et LVT.

AXE 2

Sur l'axe 2 on observe que les variables du groupe C (UCS28, UCS56, UCS91, %Liant, SS119 et %Ca) sont bien expliquées par cet axe et sont en relation normale entre elles. La présence de %Liant dans ce groupe traduit le fait que la valeur de la résistance mécanique du remblai dépend linéairement du pourcentage de liant utilisé.

De plus, la présence de la variable surface spécifique (SS119) dans ce groupe témoigne du fait que plus la finesse des grains du résidu et du remblai est grande, plus les propriétés colloïdales du remblai sont grandes, plus les grains forment un squelette compact et plus la résistance mécanique à court, moyen et long terme du remblai est grande. La présence du calcium (%Ca) dans le groupe C se justifie par le fait que plus il y a du Ca dans le remblai (résidu et liant), plus il se forme du gel C-S-H ("colle" entre les grains) au cours de l'hydratation et plus la résistance mécanique à court, moyen et long terme du remblai est grande.

D'autre part, on note que le groupe C est linéairement indépendant des groupes A et B. Ce qui signifie qu'à partir de nos résultats expérimentaux, les propriétés mécaniques du remblai en pâte ne dépendant pas linéairement de ses propriétés physico-chimiques et géotechniques. Autrement dit, s'il existe une quelconque relation entre ces deux propriétés du remblai elle est probablement non linéaire.

De ces observations, il ressort que le sens physique que l'on peut attribuer à l'axe 2 est qu'il caractérise les *propriétés mécaniques* du remblai en pâte. La représentation des échantillons dans le cercle des corrélations montre que les échantillons les plus résistants mécaniquement sont du côté du groupe C, c'est-à-dire que les échantillons les plus résistants mécaniquement sont en haut de l'axe 1 (axe horizontal) et les moins résistants en bas de cet axe. Les échantillons les plus fortement résistants sont très proches du groupe C.

Plan factoriel 2-3

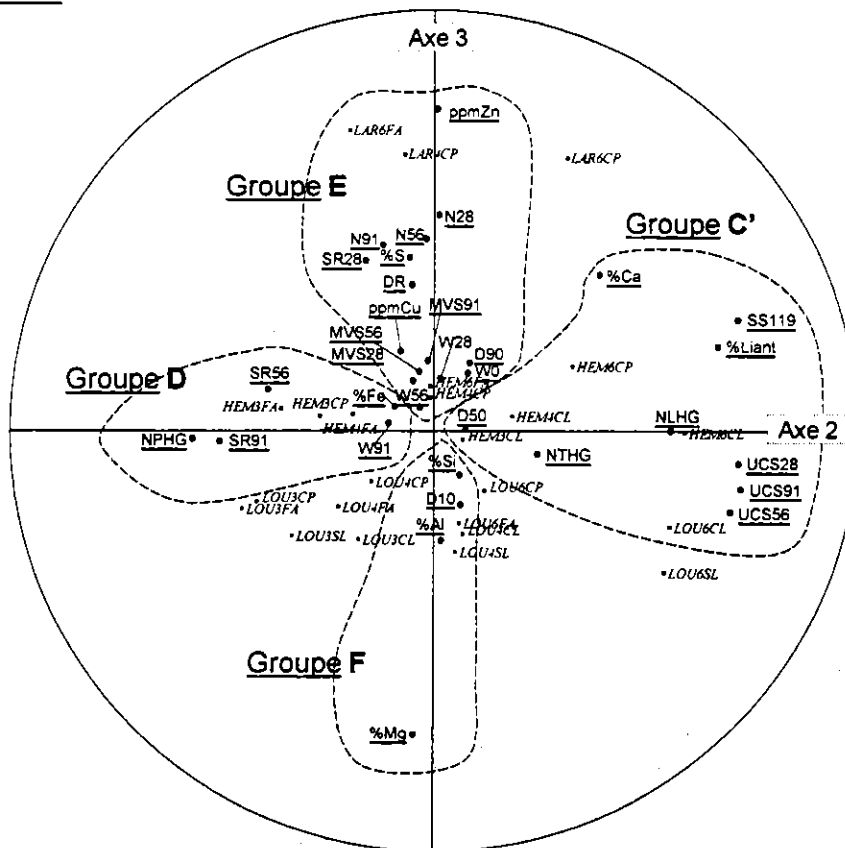


Figure 32. – Cercle des corrélations des variables dans le plan factoriel 2-3

La Figure 32 présente la répartition des variables dans le plan factoriel formé par les axes 2 et 3. Sur cette figure on observe que quatre groupes de variables se distinguent et ont été nommés C', D, E et F.

AXE 2

Sur l'axe 2 on observe que des variables qui ne faisaient pas partie du groupe C en font partie maintenant et ce nouveau groupe a été nommé groupe C' (UCS28, UCS56, UCS91, %Liant, SS119, %Ca, D50, NTHG et NLHG). La présence de D50 dans ce groupe traduit le fait que la valeur de la résistance mécanique du remblai dépend linéairement du diamètre correspondant à 50% de passant des grains du résidu initial.

On note aussi que la résistance mécanique est linéairement dépendant de la porosité totale au mercure et de la porosité libre. De ce fait, le groupe C' caractérise les *propriétés physiques et mécaniques* du remblai en pâte.

À l'opposé du groupe C' se trouve positionné le groupe D formé des variables SR56, SR91, W91 et %Fe qui sont en relation normale entre elles. On peut dire que le groupe D caractérise les *propriétés hydrauliques* du remblai en pâte.

La Figure 32 montre aussi que les variables du groupe D sont en relation inverse avec celles du groupe C'. Ce qui signifie que plus le remblai en pâte contient du fer et est saturé après 56 jours et au-delà, plus il a tendance à piéger le mercure (faible porosité libre, donc faible capacité de drainage), moins ses porosités totale et libre au mercure sont élevées, et moins sa résistance mécanique à court, moyen et long terme est forte.

De ces observations, il ressort que dans le plan factoriel 2-3 le sens physique que l'on peut attribuer à l'axe 2 est qu'il caractérise les *propriétés physico-mécaniques* du remblai en pâte.

AXE 3

Sur l'axe 3 on observe que les variables du groupe E (SR28, N28, N56, N91, W0, W28, W56, D90, MVS28, MVS56, MVS91, DR, %S, ppmCu et ppmZn) sont très bien expliquées dans ce plan factoriel et sont en relation normale. C'est-à-dire que toutes ces variables sont dépendant les uns des autres dans le résidu ou le remblai en pâte et varient dans le même sens. À l'opposé du groupe E est positionné le groupe F composé des variables D10, %Si, %Al et %Mg qui sont bien expliquées par l'axe 3 et sont également en relation normale.

Par conséquent, les variables des groupes E et F sont en relation opposée ou inverse, c'est-à-dire que plus les éléments %Si, %Al et %Mg sont présents dans le remblai en pâte, moins ses propriétés physiques et géotechniques sont importantes.

On peut dire que le groupe E caractérise aussi les *propriétés physiques et géotechnique* du remblai, tandis que le groupe F caractérise ses *propriétés chimiques*. De ces observations, il ressort donc que dans le plan factoriel 2-3 le sens physique que l'on peut attribuer à l'axe 3 est qu'il caractérise les *propriétés physico-chimiques* du remblai en pâte.

8.5 VERS UN SYSTÈME EXPERT D'AIDE AU DESIGN DES REMBLAIS

À l'issue de cette large grille d'étude expérimentale sur des remblais en pâte fabriqués avec différents types de résidu et différents types de liant hydraulique à différentes proportions et curés à différentes dates, nous disposons d'un certain nombre d'informations pouvant constituer l'ébauche d'une base de données. En combinant cette base de données avec des équations empiriques, il est possible d'envisager la mise au point d'un outil ou un système expert pouvant aider au design des remblais à l'échelle du laboratoire et peut être à l'échelle de la mine.

8.5.1 Schéma général de l'outil expert

La Figure 33 présente l'organigramme simplifié de ce que pourrait être la structure de fonctionnement d'un outil expert d'aide à la conception du remblai en pâte. Ce schéma part des caractéristiques initiales du résidu (physiques et chimiques) destiné à la fabrication du remblai en pâte. Il s'agit principalement des paramètres dont les corrélations étaient pertinentes, à savoir les :

paramètres physiques tels que

- la densité relative ou la masse volumique des particules solides,
- les paramètres granulométriques D10, D50 et D90,
- et la surface spécifique;

éléments chimiques tels que

- le pourcentage de soufre,
- le pourcentage de fer,
- la teneur en zinc,
- et la teneur en cuivre.

Les contraintes qui peuvent s'imposer à l'opérateur minier sont d'ordre économique (coût des liants hydrauliques), physico-chimique (granulométrie du résidu, chimie du résidu et de l'eau de procédé) et mécanique (choix de la résistance à la compression uniaxiale minimale ou limite). À partir de nos résultats et en prenant en compte ces contraintes, deux méthodes de design du remblai en pâte (c'est-à-dire la conception de la recette) peuvent être proposées. Nous désignons la première par recette générale et la deuxième par recette optimisée. À l'issue de cette étude trois types de liant seront proposés, à savoir le liant CP (50:50 ciment Portland type 10:ciment Portland type 50), le liant FA (50:50 ciment Portland type 10:cendres volantes ou fly ash) et le liant CL (20:80 ciment Portland type 10:laitier de haut fourneau ou slag). Le pourcentage de liant doit varier dans l'intervalle 3%-7% et les durées de cure sont 14, 28, 56 et 91 jours.

a) Recette générale

Cette méthode permet de concevoir une recette quelconque de remblai en pâte en fonction des choix imposés par l'opérateur. À partir de ces critères de base, l'outil expert prédit la valeur de la résistance à la compression uniaxiale (UCS) qui résulterait de ces choix en partant des caractéristiques initiales du résidu. Pour cela, l'opérateur doit impérativement choisir le type de liant, le pourcentage du liant et l'âge du remblai résultant. Ce type de recette est dit générale parce qu'elle est dictée par l'opérateur. La prédiction de l'UCS par l'outil expert se fait à l'aide d'équations empiriques (ou analytiques) initialement mises au point et implantées dans l'outil expert. Ces modèles devraient prendre en compte les caractéristiques chimiques et physiques du résidu, le type de liant, le pourcentage du liant et la durée de cure du remblai en pâte.

b) Recette optimisée

Cette méthode permet de concevoir une recette optimale appropriée au type de résidu et en tenant compte des contraintes financières. Dans ce cas, l'opérateur doit choisir obligatoirement l'âge du remblai en pâte qu'il veut optimiser et optionnellement la résistance UCS optimale désirée. Des modèles empiriques (ou analytiques) initialement élaborés et implantés dans l'outil expert permettront de calculer différentes valeurs de UCS pour les trois types de liant proposés (CP, FA et CL) et pour différents pourcentages de liant (allant de 3%wt à 7%wt). Si l'opérateur impose une valeur optimale de UCS à cibler, l'outil expert compare les différentes valeurs calculées de UCS à la valeur cible de UCS jusqu'à s'approcher de la bonne valeur. Mais lorsqu'une valeur cible de UCS n'a pas été spécifiée, l'outil expert retient la valeur maximale de UCS obtenu avec un liant donné et avec un pourcentage moyen de liant (4,5%wt ou 5%wt). Dans les deux cas de figure, l'outil expert propose à la fin la recette optimale, à savoir le type de liant (CP ou FA ou CL) et son pourcentage (4,5%wt ou autre).

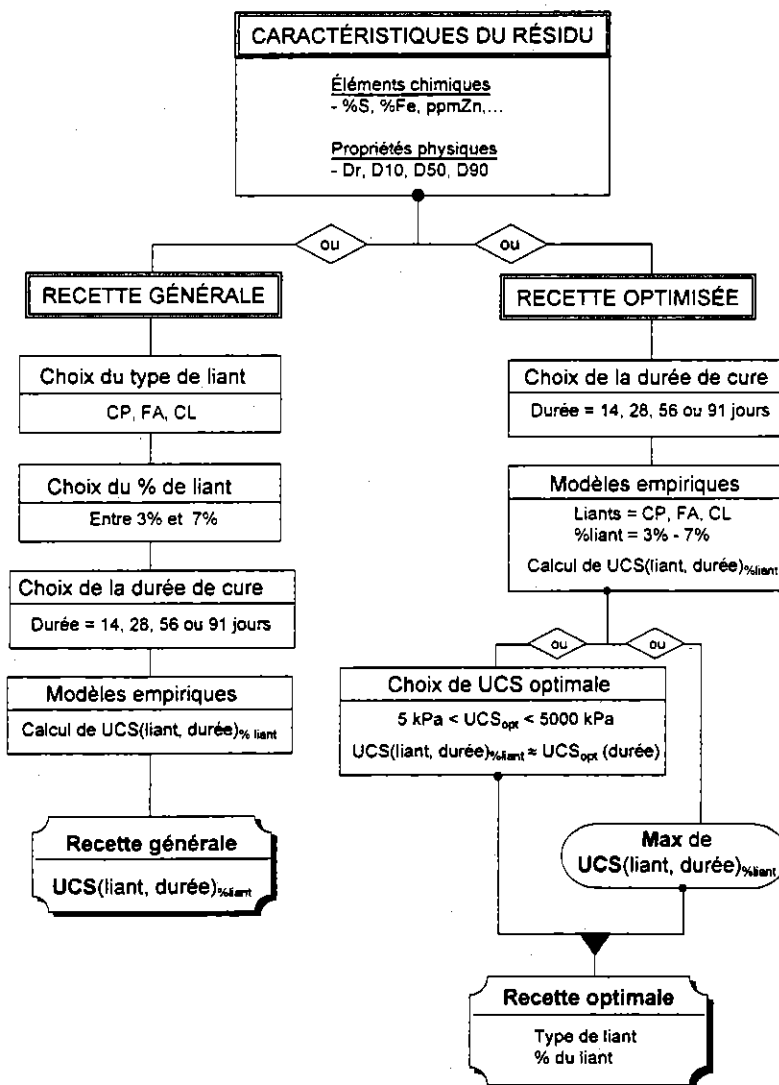


Figure 33. Organigramme de la structure de l'outil expert d'aide au design du remblai en pâte

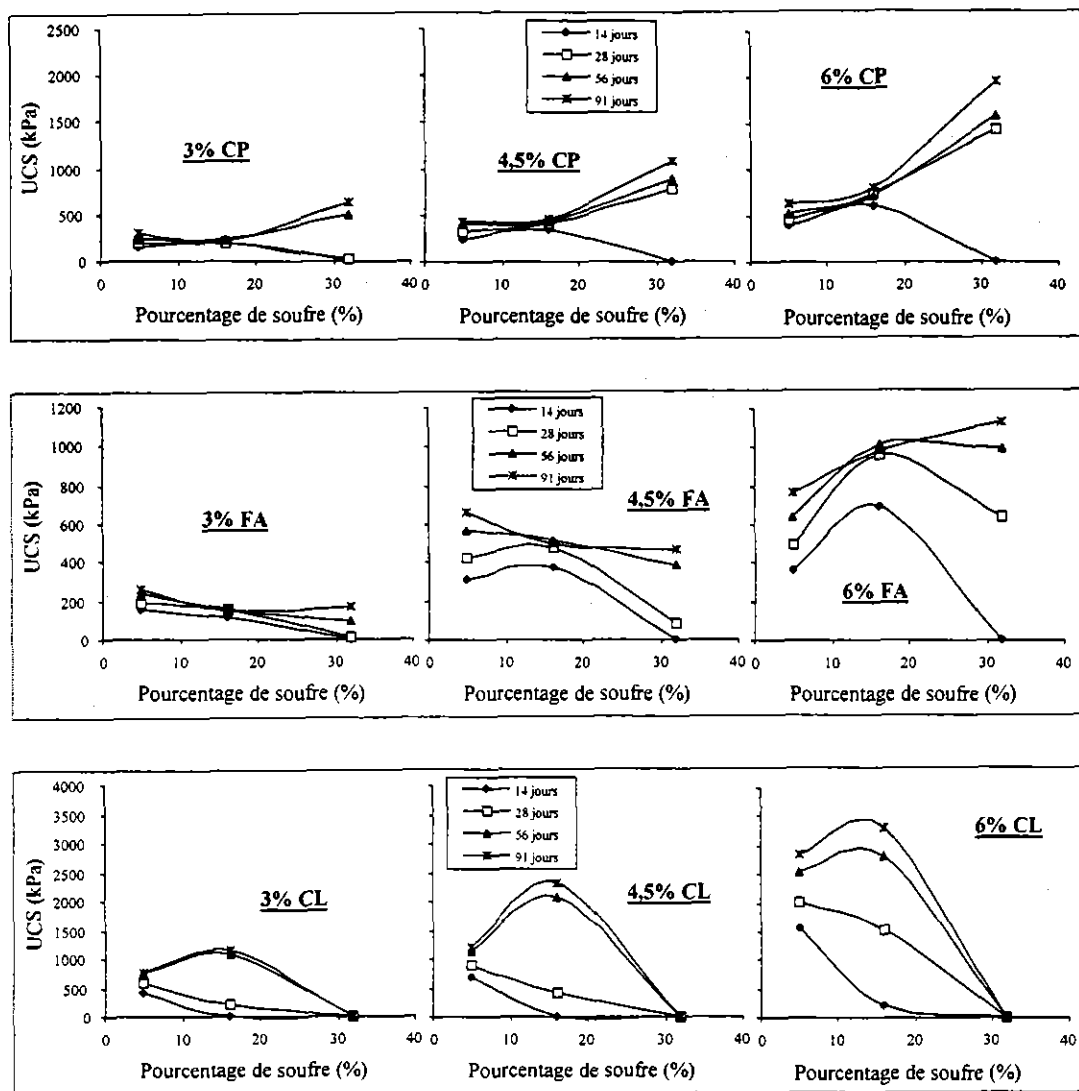


Figure 34. Relation entre la résistance UCS et le pourcentage de soufre du résidu

La Figure 34 montrent les courbes d'évolution de la résistance UCS en fonction du pourcentage de soufre du résidu initial. Cette figure montre que cette évolution est presque toujours non-linéaire. On remarque également que selon le type de liant, cette évolution est différente pour le court terme (14 et 28 jours) et pour le long terme (56 et 91 jours).

8.5.2 Modèles empiriques de prédiction de UCS

Dans l'optique de jeter les bases d'un futur outil expert, nous nous attelons à proposer des modèles empiriques pour prédire la valeur de UCS en fonction des caractéristiques physico-chimiques du type de résidu lors de la conception assistée de recettes de remblai en pâte (recettes générale et optimisée). Du fait de la complexité des phénomènes d'hydratation des ciments dans les résidus miniers, les modèles qui vont suivre seront définis pour chacune des quatre durées de cure choisies. Grâce à ces modèles empiriques, l'outil expert fera également office de guide de conception du remblai à partir de résidus sulfureux.

a) Résistance UCS en fonction du pourcentage de soufre et du type de recette

Même si l'étude statistique n'a révélé aucune corrélation linéaire entre le pourcentage de soufre (%S) dans le résidu et la résistance UCS, toutes nos observations tendent à prouver le contraire. En effet, la Figure 34 montre bien que la relation entre la résistance UCS et le pourcentage de soufre dans le résidu est non linéaire. La plupart de ces courbes d'évolution sont assez bien décrites avec une équation quadratique de la forme

$$UCS_{\%liant} = k_1 + k_2 \cdot \%S + k_3 \cdot (\%S)^2 \quad (37)$$

Nous proposons une série d'équations empiriques permettant de prédire la valeur de la résistance UCS connaissant le pourcentage de soufre (%S) dans le résidu, le type de liant (CP, FA ou CL), le pourcentage du liant (3%, 4,5% ou 6%) et la durée de cure (14, 28, 56 ou 91 jours de cure).

Liant CP

Les courbes d'évolution de la résistance UCS en fonction du pourcentage de soufre, pour différentes date de cure et les trois pourcentages de liant sont décrites par l'équation (37) dans laquelle les trois coefficients k_1 , k_2 et k_3 sont donnés par les relations empiriques suivantes pour chaque pourcentage de liant :

pour 3% CP

$$\begin{aligned} k_1(\text{CP})_{3\%} &= 4.4505 \cdot \text{date} + 28.143 \\ k_2(\text{CP})_{3\%} &= -0.66 \cdot \text{date} + 25.828 \\ k_3(\text{CP})_{3\%} &= 0.0251 \cdot \text{date} - 0.9716 \end{aligned} \quad (38)$$

pour 4,5% CP

$$\begin{aligned} k_1(\text{CP})_{4.5\%} &= 616.38216 - \frac{7602.8619}{\text{date}} \\ k_2(\text{CP})_{4.5\%} &= -15.238155 - 0.14209948 \cdot \text{date} + \frac{10608.631}{(\text{date})^2} \\ k_3(\text{CP})_{4.5\%} &= 1.0018948 - 0.004356 \cdot \text{date} - \frac{446.76904}{(\text{date})^2} \end{aligned} \quad (39)$$

pour 6% CP

$$\begin{aligned} k_1(\text{CP})_{6\%} &= 345.45883 + 3.9184468 \cdot \text{date} + \frac{56811.394}{(\text{date})^2} \\ k_2(\text{CP})_{6\%} &= 3.9797187 - 0.33285085 \cdot \text{date} + \frac{13127.731}{(\text{date})^2} \\ k_3(\text{CP})_{6\%} &= 1.1984403 + 0.0090075 \cdot \text{date} - \frac{683.3537}{(\text{date})^2} \end{aligned} \quad (40)$$

Rapport principal

Liant FA

Pour ce type de liant, les courbes d'évolution de la résistance UCS en fonction du pourcentage de soufre, pour différentes dates de cure et les trois pourcentages de liant sont décrites par différentes formes d'équations dû à son mode d'hydratation. Ainsi donc, pour les trois pourcentages de liant, ces courbes sont décrites :

⇒ **à court terme (14 et 28 jours de cure)** par l'équation (37) dans laquelle les trois coefficients k_1 , k_2 et k_3 sont donnés par les relations empiriques suivantes :

pour 3% FA

$$\begin{aligned} k_1(\text{FA})_{3\%} &= 1.8233 \cdot \text{date} + 139.79 \\ k_2(\text{FA})_{3\%} &= 0.1582 \cdot \text{date} - 3.5704 \\ k_3(\text{FA})_{3\%} &= -0.0062 \cdot \text{date} - 0.0328 \end{aligned} \quad (41)$$

pour 4,5% FA

$$\begin{aligned} k_1(\text{FA})_{4.5\%} &= 9.1703 \cdot \text{date} + 59.983 \\ k_2(\text{FA})_{4.5\%} &= -0.1349 \cdot \text{date} + 30.8 \\ k_3(\text{FA})_{4.5\%} &= 0.0009 \cdot \text{date} - 1.1002 \end{aligned} \quad (42)$$

pour 6% FA

$$\begin{aligned} k_1(\text{FA})_{6\%} &= 7.4029 \cdot \text{date} - 103.81 \\ k_2(\text{FA})_{6\%} &= 0.2991 \cdot \text{date} + 82.737 \\ k_3(\text{FA})_{6\%} &= 0.0282 \cdot \text{date} - 3.1111 \end{aligned} \quad (43)$$

⇒ **à moyen terme (56 jours de cure)** par les équations suivantes

$$\begin{aligned} UCS(56j)_{3\%FA} &= 314.81945 \cdot 0.96862783^{\%S} \cdot (\%S)^{-0.0669975} \\ UCS(56j)_{4.5\%FA} &= 503.02516 \cdot 0.9736858^{\%S} \cdot (\%S)^{0.16377059} \\ UCS(56j)_{6\%FA} &= 252.72583 \cdot 0.97043949^{\%S} \cdot (\%S)^{0.67247962} \end{aligned} \quad (44)$$

⇒ **à long terme (91 jours de cure)** par les équations suivantes

$$\begin{aligned} UCS(91j)_{3\%FA} &= 6.227104 \cdot 9018.4785^{\frac{1}{\%S}} \cdot (\%S)^{0.58708104} \\ UCS(91j)_{4.5\%FA} &= 474.06348 \cdot 6.24802^{\frac{1}{\%S}} \cdot (\%S)^{-0.0220912} \\ UCS(91j)_{6\%FA} &= 580.99499 \cdot 0.8174604^{\frac{1}{\%S}} \cdot (\%S)^{0.19273921} \end{aligned} \quad (45)$$

Liant CL

Pour le liant CL également, les courbes d'évolution de la résistance UCS en fonction du pourcentage de soufre, pour différentes dates de cure et les trois pourcentages de liant sont décrites par différentes formes d'équations dépendant de sa vitesse d'hydratation. Pour les trois pourcentages de liant, ces courbes sont décrites

⇒ **à très court terme (14 jours de cure)** par les équations suivantes

$$\begin{aligned}
 UCS(14j)_{3\%CL} &= -84.143492 + 2.2270578 \cdot \%S + \frac{12162.705}{(\%S)^2} \\
 UCS(14j)_{4.5\%CL} &= -140.09428 + 3.7525253 \cdot \%S + \frac{20493.791}{(\%S)^2} \\
 UCS(14j)_{6\%CL} &= 141.94164 - 5.5452224 \cdot \%S + \frac{36357.612}{(\%S)^2}
 \end{aligned} \tag{46}$$

⇒ **à court, moyen et long terme (28, 56 et 91 jours de cure)** par des équations quadratiques de la même forme que l'équation (37) et les trois coefficients k_1 , k_2 et k_3 sont donnés par les relations empiriques suivantes :

pour 3% CL(28-91 jours)

$$\begin{aligned}
 k_1(CL)_{3\%} &= 41.854884 + 2.1875095 \cdot date + \frac{539945.74}{(date)^2} \\
 k_2(CL)_{3\%} &= 199.18636 - 0.71395581 \cdot date - \frac{178374.76}{(date)^2} \\
 k_3(CL)_{3\%} &= -6.2632841 + 0.02015472 \cdot date + \frac{5043.361}{(date)^2}
 \end{aligned} \tag{47}$$

pour 4,5% CL(28-91 jours)

$$\begin{aligned}
 k_1(CL)_{4.5\%} &= 18650.691 \exp(-0.09930458 \cdot date) \\
 k_2(CL)_{4.5\%} &= 423.39929 - 1.0277308 \cdot date - \frac{354400.94}{(date)^2} \\
 k_3(CL)_{4.5\%} &= -12.587128 + 0.0266033 \cdot date + \frac{9805.6594}{(date)^2}
 \end{aligned} \tag{48}$$

pour 6% CL(28-91 jours)

$$\begin{aligned}
 k_1(CL)_{6\%} &= 1328.9939 + 5.8070581 \cdot date + \frac{460430.58}{(date)^2} \\
 k_2(CL)_{6\%} &= 225.49446 + 0.33626214 \cdot date - \frac{187908.63}{(date)^2} \\
 k_3(CL)_{6\%} &= -8.3445479 - 0.016179143 \cdot date + \frac{5422.5056}{(date)^2}
 \end{aligned} \tag{49}$$

b) Modèles obtenus par régressions linéaires multiples

Toujours dans l'optique de disposer de modèles prédictifs empiriques pour la mise en œuvre de l'outil expert d'aide au design du remblai en pâte, nous avons effectué des régressions linéaires multiples afin de prédire la résistance UCS pour les différents types de liant à différentes dates de cure en fonction des paramètres physiques et chimiques du résidu initial. Pour cela, les variables expliquées (variables indépendantes) sont la résistance UCS à 14, 28, 56 et 91 jours de cure et les variables explicatives (variables dépendantes) sont : le pourcentage de liant (%Liant), les pourcentages de soufre (%S), de calcium (%Ca), de silicium (%Si), d'aluminium (%Al), de magnésium (%Mg) et de fer (%Fe), les teneurs en zinc (ppmZn) et cuivre (ppmCu), la densité relative (DR), la surface spécifique du résidu (SS) et les paramètres granulométriques du résidu (D10, D50 et D90).

Sachant que l'unité de mesure de la surface spécifique SS est en m^2/g et celle des paramètres granulométriques (D10, D50 et D90) en μm , il nous a semblé opportun de les rendre adimensionnelles. Pour cela, deux autres variables ont été définies, à savoir le rapport D10/D90 et la variable $K_p = \rho_s \cdot SS \cdot D50$. La variable DR a été transformée en masse volumique des particules solides du résidu ρ_s . Le rapport D10/D90 permet de prendre à la fois en compte les fractions fine et grossière du résidu. Si ρ_s est exprimé en g/cm^3 , SS doit être converti en cm^2/g et le D50 en cm pour que K_p soit adimensionnel. Par conséquent, dans les régressions multiples les variables DR, SS, D10, D50 et D90 sont remplacées par les deux seules nouvelles variables D10/D90 et K_p . La méthode de régression linéaire multiple effectuée est dite pas à pas ascendant parce que les variables explicatives sont rentrées dans le modèle prédictif à chaque pas de calcul suivant un critère d'entrée correspondant à un niveau de signification (probabilité) qui a été fixé à 0,25.

Résistance UCS en fonction des propriétés physiques et chimiques

Avec les données dont nous disposons, nous avons effectué des régressions linéaires multiples afin de prédire la résistance UCS (indépendamment du type de liant utilisé) à différentes dates de cure en fonction des paramètres physiques et chimiques du résidu. Les résultats de ces différentes régressions multiples sont :

$$UCS(14 \text{ jours}) = -18.053176 \cdot \%S + 102.217583 \cdot \%Liant + 104.177741 \quad \text{avec } R^2 = 0.4932 \quad (50)$$

$$UCS(28 \text{ jours}) = 86665.0373 \cdot \frac{D10}{D90} + 274.694279 \cdot \%Liant - 3249.1096 \quad \text{avec } R^2 = 0.4109 \quad (51)$$

$$UCS(56 \text{ jours}) = 374.546956 \cdot \%Mg + 301.839786 \cdot \%Liant - 1027.2096 \quad \text{avec } R^2 = 0.3968 \quad (52)$$

$$UCS(91 \text{ jours}) = 372.089016 \cdot \%Mg + 358.261442 \cdot \%Liant - 1195.4234 \quad \text{avec } R^2 = 0.374 \quad (53)$$

Ces équations montrent que tous les paramètres ne sont pas significatifs à toutes les durées de cure du remblai en pâte.

Résistance UCS en fonction des propriétés physico-chimiques et du type de liant

De la même façon que précédemment, les régressions linéaires multiples peuvent être effectuées afin de prédire la résistance UCS pour chaque type de liant utilisé à différentes dates de cure en fonction des paramètres physico-chimiques du résidu. Les résultats des différentes régressions multiples sont :

Liant CP

$$UCS(14 \text{ jours})_{CP} = 55890.5532 \cdot \frac{D_{10}}{D_{90}} + 73.5676011 \cdot \%Liant - 1784.7947 \quad \text{avec } R^2 = 0.8531 \quad (54)$$

$$UCS(28 \text{ jours})_{CP} = 16.4858022 \cdot \%S + 250.239832 \cdot \%Liant - 901.50288 \quad \text{avec } R^2 = 0.7416 \quad (55)$$

$$UCS(56 \text{ jours})_{CP} = 23.9592675 \cdot \%S + 212.763341 \cdot \%Liant - 750.21288 \quad \text{avec } R^2 = 0.8256 \quad (56)$$

$$UCS(91 \text{ jours})_{CP} = -120851.3 \cdot \frac{D_{10}}{D_{90}} + 250.331323 \cdot \%Liant + 3201.92799 \quad \text{avec } R^2 = 0.8308 \quad (57)$$

Liant FA

$$UCS(14 \text{ jours})_{FA} = 57899.2583 \cdot \frac{D_{10}}{D_{90}} + 88.1251818 \cdot \%Liant - 1900.7465 \quad \text{avec } R^2 = 0.7921 \quad (58)$$

$$UCS(28 \text{ jours})_{FA} = 39352.0986 \cdot \frac{D_{10}}{D_{90}} + 195.585491 \cdot \%Liant - 1673.0516 \quad \text{avec } R^2 = 0.8297 \quad (59)$$

$$UCS(56 \text{ jours})_{FA} = 239.530552 \cdot \%Liant - 566.54367 \quad \text{avec } R^2 = 0.8655 \quad (60)$$

$$UCS(91 \text{ jours})_{FA} = 255.11071 \cdot \%Liant - 585.70492 \quad \text{avec } R^2 = 0.8994 \quad (61)$$

Liant CL

$$UCS(14 \text{ jours})_{CL} = -45.111771 \cdot \%Fe + 141.793004 \cdot \%Liant + 441.68687 \quad \text{avec } R^2 = 0.7613 \quad (62)$$

$$UCS(28 \text{ jours})_{CL} = -44.116802 \cdot \%S + 298.479631 \cdot \%Liant + 33.451513 \quad \text{avec } R^2 = 0.7810 \quad (63)$$

$$UCS(56 \text{ jours})_{CL} = 299707.413 \cdot \frac{D_{10}}{D_{90}} + 392.23634 \cdot \%Liant - 9556.9438 \quad \text{avec } R^2 = 0.8732 \quad (64)$$

$$UCS(91 \text{ jours})_{CL} = 335673.738 \cdot \frac{D_{10}}{D_{90}} + 472.036924 \cdot \%Liant - 10858.547 \quad \text{avec } R^2 = 0.8621 \quad (65)$$

Pourcentage de soufre (%S) en fonction de la densité relative (D_r) du résidu

Dans les relations précédentes, le pourcentage de soufre (%S) figure comme une variable à connaître *a priori*. Les données de cette étude ainsi que celles des travaux de Benzaazoua et Bussière (1999b) ont été utilisées pour trouver la relation empirique permettant d'estimer le pourcentage de soufre dans le résidu initial (%S) en connaissant sa densité relative D_r par la relation

$$\%S = -180.93556 + 78.712578 \cdot D_r - 4.4044694 \cdot (D_r)^2 \quad \text{avec } R = 0.95 \quad (66)$$

9. BILAN DE L'ACTIVITÉ DE RECHERCHE

9.1 SYNTHÈSE DES RÉSULTATS

Dans le cadre de cette activité de recherche, environ 610 éprouvettes de remblai en pâte ont été confectionnées à partir de 3 types de résidus (LRD, LVT, HML), avec 4 types de liant :

- * CP (50% de *ciment Portland type 10* et 50% de *ciment Portland type 50*),
- * FA (50% de *cendres volantes ou fly ash* et 50% de *ciment Portland type 10*)
- * CL (80% de *laitier de haut fourneau* et 20% de *ciment Portland type 10*)
- * et SL (100% de *laitier de haut fourneau ou slag*)

à trois pourcentages différents : 3%wt, 4,5%wt et 6%wt (soit un total de 33 recettes).

a) Stabilité chimique du remblai en pâte

Afin d'étudier la stabilité chimique du remblai en pâte, une caractérisation chimique et géochimique a été effectuée sur du remblai dissout (pH, Eh et conductivité électrique) ainsi que de sa solution résiduelle (S, Ca, Si, Al, Mg, Fe, Cu, Zn). Cette caractérisation a révélé l'absence d'une altération chimique majeure pouvant conduire à une chute de la résistance mécanique. Il ressort donc que la stabilité chimique de ces remblais en pâte a probablement été favorisée par le conditionnement des éprouvettes dans une chambre à humidité constantes.

Les évolutions du Ca et des sulfates en solution sont en concordance avec ces observations. Les faibles teneurs en Si et Al en solution indiquent que les C-S-H et les sulfoaluminates hydratés sont stables, du moins jusqu'à 56 jours. Quant au fer présent dans la solution de gâchage et celui issu de l'oxydation des sulfures, il précipite en milieu alcalin sous forme d'hydroxydes de fer ($\text{Fe}(\text{OH})_2$ et $\text{Fe}(\text{OH})_3$). De façon générale, les phénomènes géochimiques les plus importants se déroulant dans les remblais sulfureux dès leur fabrication et au cours de leur cure peuvent être résumés de la façon suivante :

- Une solution de gâchage initiale dotée d'un pH plus ou moins bas et riche en sulfates.
- Du ciment à fort potentiel neutralisant (dépendant du type de liant) qui se dissout juste après son addition au remblai humide en présence de la solution de gâchage.
- Neutralisation de l'acidité (H^+) par les hydroxydes (OH^-) libérés.
- Précipitation ou non de la portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ selon la disponibilité des hydroxydes; autrement dit selon le type de liant et selon le pH initial de la solution de gâchage.
- Dans le cas où la portlandite ne se forme pas (le plus souvent son pH est inférieur à 12,5 qui est sa limite de solubilité), le calcium précipite essentiellement sous forme de gels C-S-H (calcium silicium hydraté), d'ettringite ($3\text{CaSO}_4 \cdot 3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$) et de gypse $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
- Les sulfures continuent à s'oxyder dans le remblai toujours humide en consommant l'oxygène disponible dans le remblai.
- Le fer issu de la solution de gâchage et celui provenant de l'oxydation des sulfures de fer, précipitent sous forme d'hydroxydes de fer.
- L'oxygène du remblai encore saturé en eau s'appauvrit avec le temps de cure. Il n'existe pas de renouvellement à moins d'une fissuration, d'une exposition à l'air, etc.
- Le C-S-H est stable jusqu'à pH 9 et si le pH diminue en dessous de cette valeur, les C-S-H sont resolubilisés tout en précipitant des gels de silice (décalcification des C-S-H), le calcium précipite sous forme de sulfates hydratés (gypse).

- Toutes les phases dont il est question (se formant soit de façon primaire lors de l'hydratation du ciment, soit de façon secondaire suite à une déstabilisation des hydrates primaires), participent à la cohésion dans les remblais étudiés en remplissant les vides tels que observée dans l'étude au MEB. En effet comme cela va être démontré dans le chapitre "caractérisation mécanique", l'acquisition de la résistance est continue dans le temps et aucune perte de résistance notable n'a été observée durant les 100 premiers jours de cure.

b) Étude de la microstructure du remblai en pâte

Pour mieux comprendre l'organisation de la microstructure du remblai en pâte au cours des différentes phases d'hydratation des liants à différentes dates de cure, des paramètres tels que la surface spécifique (S_v) et les porosités totale (n_{tHg}), libre (n_{lHg}) et piégée (n_{pHg}) au mercure ont été quantifiés.

- **L'imagerie MEB** a montré qu'en ce qui concerne :
 - *la dispersion des grains* : elle est bonne pour la totalité des remblais étudiés démontrant une bonne homogénéité des grains dans la matrice de remblai et traduisant de faibles contacts entre les grains de sulfures. Ces contacts peuvent favoriser les processus d'oxydation par l'ajout d'un effet galvanique;
 - *les espaces intergranulaires* : ils sont plus ou moins comblés par la matrice cimentaire et les ultra-fines des résidus miniers. Ceci dépend en effet essentiellement du pourcentage de liant et du degré d'hydratation (densité tridimensionnelle des phases hydratées);
 - *l'aspect de la matrice* : il découle de ce qui précède car dépend de la qualité de l'hydratation. On a observé des matrices ± lâches et d'autres ± denses et homogènes suivant la recette de l'échantillon en question;
 - *la présence de fissures* : rares sont les échantillons dans lesquels on a observé des fissures. Ceci prouve, comme cela a été observé macroscopiquement, que tous les échantillons étudiés n'ont pas été le siège d'une altération quelconque, du moins avancée, pour permettre un éclatement de la masse. Ceci est aussi vrai pour les échantillons les plus sulfureux (remblai LRD) qui sont restés durant toute la période de l'expérience quasi saturés en eau et dotés d'une porosité très faible induisant une très faible perméabilité. En d'autres termes, on peut avancer que les échantillons étudiés (dans des conditions reflétant le plus possible leur état dans une chambre exploitée) n'ont pas subi d'attaque sulfatique suffisante pour impliquer des phénomènes d'expansion qui normalement donne naissance à des fissurations et des chutes de résistance mécanique;
 - *la présence de macropores* : dans certains cas (comme le remblai de LVT), on a observé une macroporosité due à la présence de bulles d'air lors de la fabrication des mélanges et leur coulage dans les moules. Ce genre de structures ne présente pas vraiment d'effet négatif sur la résistance mécanique de l'échantillon qui pourrait les contenir; d'une part parce qu'elles ne sont pas abondantes et ne communiquent pas entre elles et d'autre part, parce qu'elles sont circulaires et donc isotropes.
 - *les précipitations secondaires* : ce sont toutes les phases apparaissant après le durcissement du remblai grâce à la formation des phases primaires hydratées. Elles participent à la cohésion quand elles comblent les espaces intergranulaires, la macroporosité et la microporosité. Cependant, elles deviennent néfastes quand elles induisent un effet expansif (cas de l'attaque sulfatique avec la formation d'ettringite et de gypses secondaires gonflants). Pour les échantillons étudiés, elles ont été surtout bénéfiques dans l'acquisition

de la résistance en participant à la densification de la matrice cimentaire et en précipitant dans les macropores.

- **Le calcul de la surface spécifique** a montré que la finesse de division du remblai augmentait avec le pourcentage de liant et pour un même pourcentage de liant, cette finesse dépend du type de liant et est toujours plus élevée avec
 - le liant CP pour le remblai LRD (32% de soufre),
 - le liant SL pour le remblai LVT (16% de soufre),
 - et le liant CL pour le remblai HML (5% de soufre).
- **Le calcul des porosités au mercure** a montré que
 - Les remblais LRD et LVT avaient une très faible porosité libre (caractère peu perméable) et ce, quelque soit le type de liant utilisé. De ce fait, ces remblais piégeaient presque la totalité du mercure injecté. Ce comportement décrit la structure d'un réseau poreux dont les pores auraient une géométrie irrégulière plutôt que des capillaires.
 - Avec les liants CP et FA, le remblai HML avait une faible porosité libre c'est-à-dire un piégeage de la presque totalité du mercure injecté, mais avec le liant CL le remblai HML possède une plus forte porosité libre (grand potentiel de drainage) dû probablement à une géométrie des pores semblable à des capillaires.

c) Caractérisation physique et géotechnique du remblai en pâte

En ce qui concerne les propriétés physiques et géotechniques du remblai en pâte, les différents paramètres calculés ont permis de noter que :

- **pour le remblai LRD :**
 - les masses volumiques humide et sèche ne variaient pas énormément au cours du temps et reste parfois constante selon le type de liant et son pourcentage;
 - la teneur en eau massique w a tendance à diminuer avec la durée de cure;
 - le degré de saturation S_r diminue globalement avec la durée de cure, avec les liants CP et FA et aux trois pourcentages de liant;
 - l'indice des vides e ne varie pas avec le temps de cure pour le liant CP (3%), mais diminue par contre à 4,5%CP et 6%CP.
- **pour le remblai LVT :**
 - la masse volumique humide ne variait pas dans le temps avec les liants FA et SL, mais diminue avec le temps de cure avec les liants CP et CL. La masse volumique sèche diminue globalement avec la durée de cure pour les liants FA, CP et SL;
 - la teneur en eau massique w augmente légèrement avec la durée de cure pour les liants CP et SL, diminue très nettement avec le liant CL et varie de façon irrégulière avec le liant FA;
 - une diminution globale du degré de S_r avec la durée de cure pour les liants CL et SL, augmenter avec la durée de cure pour le liant CP mais varie de façon irrégulière avec le liant FA;
 - l'indice des vides e diminue globalement avec le pourcentage de liant et ce pour tous les quatre types de liant FA, CP, SL et CL.

- **pour le remblai HML**

- les masses volumiques humide et sèche variaient de manière irrégulière avec le temps de cure et ce pour les trois types de liants utilisés;
- la teneur en eau massique w diminue légèrement avec la durée de cure avec le liant CP, mais augmente puis diminue après 91 jours de cure pour les liants FA et CL;
- le degré de saturation S_r varie de façon très irrégulière avec la durée de cure;
- l'indice des vides e diminue globalement avec le pourcentage de liant et ce pour tous les trois types de liant CP, FA et CL.

d) Étude du comportement mécanique du remblai en pâte en compression uniaxiale

Pour l'étude du comportement mécanique des remblais en pâte en compression uniaxiale, un total de 396 sur 425 éprouvettes a été utilisé. Le choix des recettes optimales pour chaque type de résidu a été fait sur la base des résultats des essais de compression uniaxiale, à savoir les valeurs de la résistance à la compression uniaxiale UCS. Toutes ces éprouvettes présentent une rupture fragile.

Choix des recettes optimales. En se fixant la gamme de UCS à court terme de l'ordre de 700-800 kPa et à long terme de l'ordre de 1000 kPa comme critère de choix de la recette optimale, on peut noter que :

- *pour le résidu LRD*, seuls les liants CP et FA (à 4,5% et 6%) confèrent une résistance significative au remblai après 28 jours de cure, et les plus fortes résistances UCS sont obtenues avec le liant CP. La recette optimale pour le résidu LRD est donc le mélange à 4,5%wt du liant CP qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 780 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 1,1 MPa.
- *pour le résidu LVT*, seuls les liants SL et CL permettent de respecter le critère de choix dans la gamme de pourcentages de liant 4,5%-6%, et ces deux liants confèrent au remblai à peu près la même résistance à long terme. La recette optimale pour le résidu LVT est donc le mélange à 4,5%wt du liant CL qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 410 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 2,3 MPa.
- *pour le résidu HML*, seul le liant CL permet de respecter le critère de choix dans la gamme de pourcentage de liant 4,5%-6%. La recette optimale pour le résidu HML est donc le mélange à 4,5%wt du liant CL qui confère au remblai une résistance UCS à court terme de l'ordre de 890 kPa et une résistance à long terme de l'ordre de 1,2 MPa.

Influence du pourcentage de soufre du résidu sur la résistance UCS du remblai. Les essais de compression uniaxiale ont permis également de mieux comprendre les phénomènes d'acquisition de la résistance UCS avec les quatre types de liant (CP, FA, CL et SL) et en rapport avec les teneurs initiales en soufre des résidus LRD (32% de soufre), LVT (16% de soufre) et HML (5% de soufre). De l'ensemble des résultats nous retiendrons que

- *le liant CP* est moins réactif en présence d'un résidu peu sulfureux (HML) ou moyennement sulfureux (LVT), et au contraire très réactif en présence d'un résidu contenant beaucoup de sulfures (LRD). Par conséquent, le liant CP est très approprié pour des résidus très sulfureux comme le résidu LRD.
- *le liant FA* est plus approprié avec les résidus LVT et HML que le liant CP (qui reste le meilleur liant pour le résidu LRD). Pour un même pourcentage de liant, les résistances

acquises par le liant FA sont toujours supérieures à celles acquises par le liant CP, exception faite pour le résidu LRD.

- le liant CL est fortement déconseillé pour les résidus très sulfureux comme le résidu LRD, mais fortement conseillé pour des résidus moyennement à faiblement sulfureux comme les résidus LVT et HML. De plus, ce liant confère plus de résistance aux remblais LVT et HML qu'avec les liants CP et FA.
- le liant SL n'est pas recommandable pour un résidu aussi sulfureux comme le résidu LRD, mais pourrait être conseillé pour des résidus faiblement à moyennement sulfureux comme les résidus LVT et HML. D'autre part, le liant SL confère les plus fortes résistances UCS au remblai LVT et ce pour les trois pourcentages de liant.

e) Étude du comportement mécanique du remblai en pâte en compression triaxiale

Pour l'étude du comportement mécanique du remblai en pâte en compression triaxiale, 29 sur 425 éprouvettes ont été utilisées. Les essais de compression triaxiale ont été effectués sur les éprouvettes des recettes optimales des résidus LRD (4,5% du liant CP), LVT (4,5% du liant CL) et HML (4,5% du liant CL). Ces essais ont permis d'obtenir les paramètres mécaniques c (cohésion drainée) et ϕ (angle de frottement interne) des remblais en pâte. Les **courbes contrainte-déformation** ont montré que pour :

- le remblai LRD, les éprouvettes testées ne semblaient pas influencées par les confinements appliqués, ceci se traduisant par un déviateur de contrainte qui est inférieur à UCS.
- le remblai LVT, les éprouvettes testées ont été faiblement influencées par les confinements appliqués. Le comportement mécanique de ce remblai est élasto-plastique à faible confinement ($\sigma_3 = 600$ kPa), mais ne l'est plus quand on double ce confinement ($\sigma_3 = 1200$ kPa).
- le remblai HML, les éprouvettes testées ont été faiblement influencées par le confinement et leur comportement global est plus ou moins élasto-plastique.

D'autre part, les essais de compression triaxiale ont permis d'obtenir les valeurs des contraintes principales et de calculer le **module de déformation élastique E**, et les paramètres du critère de rupture de Mohr-Coulomb, à savoir la **cohésion c** et l'**angle de frottement ϕ** pour les trois types de remblai en pâte étudiés. Ces résultats ont montré que la cohésion est corrélée linéairement au module de déformation élastique E du remblai en pâte. De ces résultats, nous retiendrons que :

- Les recettes optimales des trois remblais en pâte, se distinguent plus par leur cohésion que par leur angle de frottement interne qui est quasiment le même. La cohésion du remblai LVT (4,5% CL) est presque le double de celle du remblai HML (4,5% CL). La cohésion du remblai HML diffère de celle du remblai LRD (4,5% CP) de plus de 60 kPa.
- Pour chaque type de résidu (teneur en soufre) et en utilisant le liant CL, il n'existe pas de relation linéaire entre la cohésion du remblai et la teneur initiale en soufre du résidu. Par contre il existe une relation linéaire entre l'angle de frottement interne ϕ et la teneur initiale en soufre du résidu. C'est-à-dire que l'angle de frottement décroît avec l'augmentation de la teneur initiale en soufre du résidu dans la gamme 5% - 32% de soufre.
- Pour chaque type de liant (sauf le liant SL) utilisé dans le remblai HML (5% de soufre), on observe que la cohésion $c_{CL} > c_{FA} > c_{CP}$ et l'angle de frottement $\phi_{CL} < \phi_{FA} < \phi_{CP}$.

- Pour chaque pourcentage du liant CL utilisé dans le remblai LVT (16% de soufre), il existe une relation linéaire entre d'une part, l'angle de frottement et le pourcentage de liant et d'autre part, entre la cohésion et le pourcentage de liant. Ces relations se traduisent par une diminution de l'angle de frottement avec l'augmentation du pourcentage de liant, tandis que la cohésion augmente avec l'augmentation du pourcentage de liant.

f) Analyse statistique

Les résultats de l'Analyse en Composantes Principales (ACP) ont permis d'observer la variabilité des paramètres décrivant les propriétés physiques, chimiques, géotechniques et mécaniques du résidu et du remblai en pâte. Les paramètres sont repartis par groupe dans les cercles des corrélations de telle sorte que :

- les paramètres du groupe 1 composé : du degré de saturation S_r (après 28 et 56 jours de cure), de la porosité théorique n (après 28, 56 et 91 jours de cure), des porosités totale et libre au mercure (nt_{Hg} et nl_{Hg}), de la teneur en eau massique w (de mise en place et après 28, 56 et 91 jours de cure), de la granulométrie (D_{10} , D_{50} et D_{90}), des pourcentages de silicium (Si) et d'aluminium (Al) sont corrélés entre eux et varient dans le même sens. Ces paramètres caractérisent les propriétés physiques et géotechniques du remblai en pâte.
- les paramètres du groupe 2 composé : la masse volumique sèche ρ_d (après 28, 56 et 91 jours de cure), la densité relative D_r , les pourcentages de soufre (S), de fer (Fe), de magnésium (Mg), les teneurs en cuivre (Cu) et de zinc (Zn) du résidu sont corrélés entre eux et varient dans le même sens. Ces paramètres caractérisent les propriétés densimétriques du remblai en pâte.
- les paramètres du groupe 3 composé : de la résistance en compression uniaxiale UCS (après 28, 56 et 91 jours de cure), des pourcentages de liant et de calcium (Ca), de la granulométrie (D_{50}) et des porosités totale et libre au mercure (nt_{Hg} et nl_{Hg}) sont corrélés entre eux et varient dans le même sens. Ces paramètres caractérisent les propriétés physico-mécaniques du remblai en pâte.
- les paramètres du groupe 4 composé : du degré de saturation S_r (après 56 et 91 jours de cure), de la teneur en eau massique w après 91 jours de cure et du pourcentage de fer (Fe) sont corrélés entre eux et varient dans le même sens. Ces paramètres caractérisent les propriétés hydrauliques du remblai en pâte.
- les paramètres du groupe 5 composé : du degré de saturation S_r (après 28 jours de cure), de la porosité théorique (après 28, 56 et 91 jours de cure), de la granulométrie (D_{90}), de la teneur en eau massique (de mise en place et après 28 et 56 jours de cure), de la masse volumique sèche ρ_d (après 28, 56 et 91 jours de cure), de la densité relative (D_r), du pourcentage de soufre (S) et des teneurs en cuivre (Cu) et zinc (Zn) sont corrélés entre eux et varient dans le même sens. Ces paramètres caractérisent les propriétés physiques et géotechniques du remblai en pâte.
- les paramètres du groupe 6 composé : de la granulométrie (D_{50}) et des pourcentages de silicium (Si), d'aluminium (Al) et de magnésium (Mg) sont corrélés entre eux et varient dans le même sens. C'est-à-dire que ces paramètres caractérisent les propriétés chimiques du remblai en pâte.

De l'analyse statistique des données on en déduit donc que

- Les paramètres caractérisant les **propriétés physiques et géotechniques** (groupe 1) sont corrélés négativement avec les paramètres caractérisant les propriétés densimétriques (groupe 2) du remblai, c'est-à-dire que ces deux groupes de paramètres varient en sens inverse.
- Les paramètres caractérisant les **propriétés physico-mécaniques** (groupe 3) sont également corrélés négativement avec les paramètres caractérisant les propriétés hydrauliques (groupe 4) du remblai, c'est-à-dire que ces deux groupes de paramètres varient en sens contraire.
- Les paramètres caractérisant les **propriétés physiques et géotechniques** (groupe 5) sont corrélés négativement avec les paramètres caractérisant les propriétés chimiques (groupe 6) du remblai, c'est-à-dire que ces deux groupes de paramètres varient en sens contraire.
- Les paramètres des groupes 1 et 2 sont indépendants linéairement des paramètres des groupes 3 et 4 qui eux-mêmes sont indépendants des paramètres des groupes 5 et 6.

9.2 RÉCAPITULATIF

La Figure 35 présente le schéma récapitulatif de la synthèse des résultats obtenus dans le cadre de ce projet de recherche.

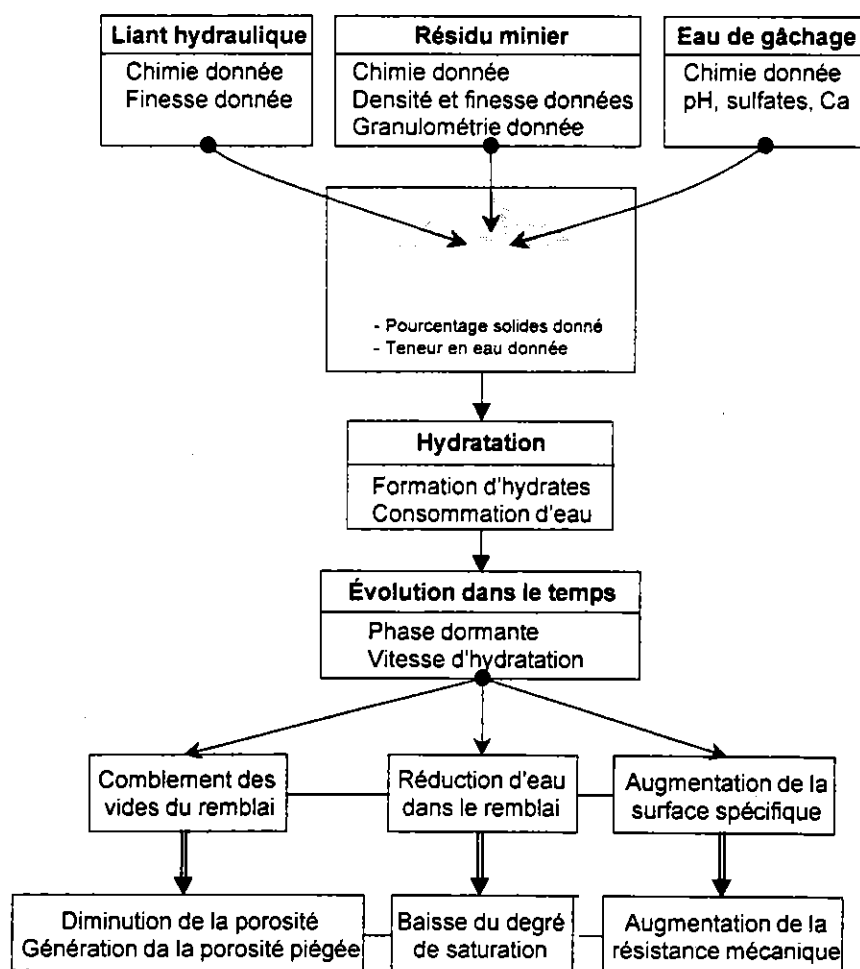


Figure 35. Schéma récapitulatif de la synthèse des résultats obtenus

9.3 GUIDE D'OPTIMISATION DE RECETTES POUR LES TROIS MINES ÉTUDIÉES

La Figure 36 présente le schéma récapitulatif du guide d'optimisation des recettes des trois mines étudiées (LRD, LVT et HML). Ce schéma comprend la teneur en soufre et les principales caractéristiques physiques du résidu (densité, surface spécifique et granulométrie), les liants hydrauliques conseillés (CP, FA, CL et SL) pour obtenir de bonnes résistances à court terme (durée de cure de 0 à 28 jours) et à long terme (durée de cure supérieure à 91 jours). Rappelons qu'en général la résistance à court terme visée par les opérateurs miniers est de l'ordre de 700 à 800 kPa tandis que la résistance à long terme visée est de l'ordre de 1 MPa.

Malgré le fait qu'à ce stade de notre étude ce guide n'est pas encore généralisable à toutes les mines, nous estimons que toute mine présentant des caractéristiques physiques et chimiques similaires à ces trois mines pourrait utiliser ce guide (ou s'en inspirer) pour l'optimisation des recettes de remblai en pâte. Mais dans ce cas, l'influence de la chimie de l'eau de gâchage (eau de procédé de la mine) doit être prise en compte. En effet, une mine produisant des résidus très sulfureux aura probablement une eau de procédé très riche en sulfates (eau acide) pouvant entraîner une longue phase dormante lors de l'hydratation du liant (faible vitesse d'hydratation). La conséquence de ce phénomène est l'absence de cohésion (donc de résistance) du remblai à court terme.

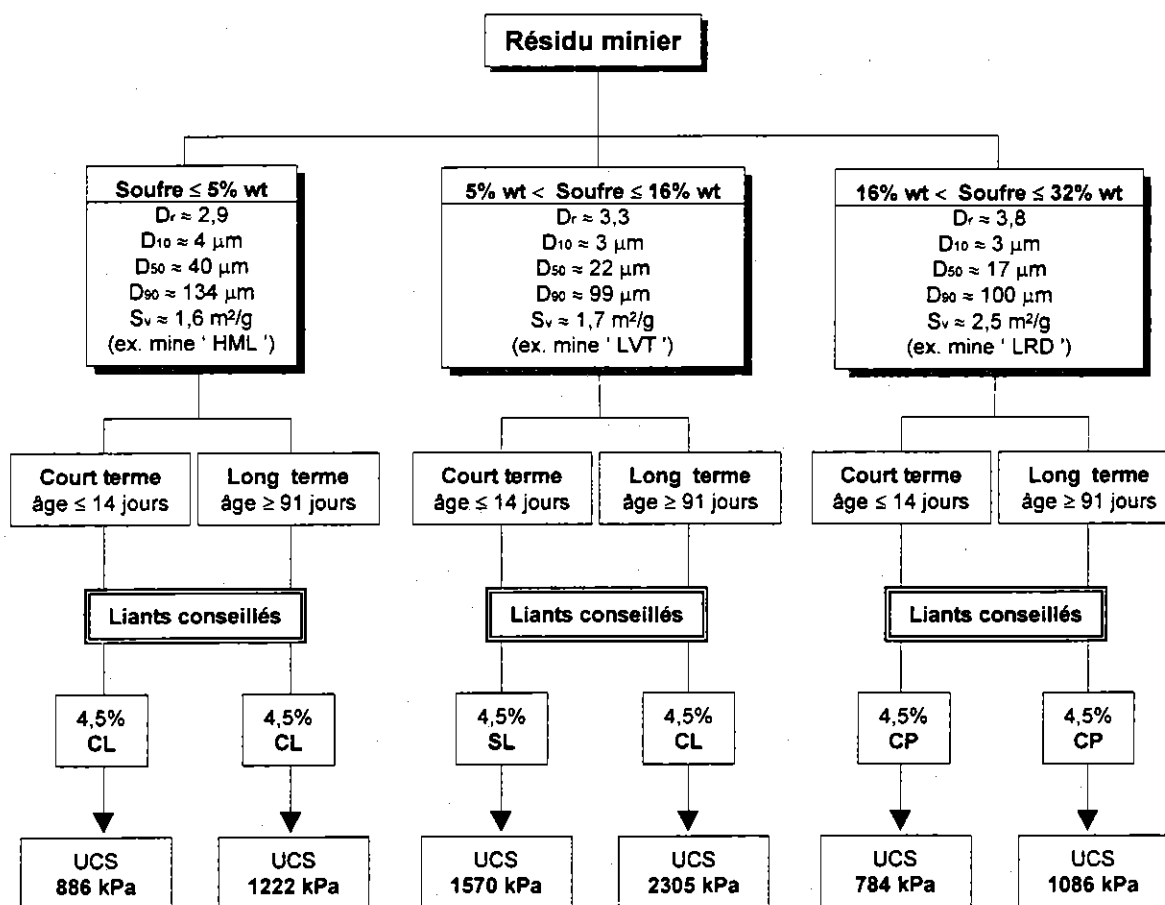


Figure 36. Schéma du guide d'optimisation des recettes des trois mines étudiées

10. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

10.1 CONCLUSIONS

Cette étude sur l'«*Investigation de la stabilité chimique et son impact sur la qualité des remblais miniers cimentés*» a fait appel à des connaissances pluridisciplinaires ayant abouti à une grande quantité de résultats intéressants sur la compréhension des propriétés des remblais cimentés en pâte. Au vue de nos résultats, nous sommes à même de penser d'avoir atteint les objectifs fixés dans le cadre de cette activité de recherche.

Les principales conclusions de cette étude sont :

- Cette étude a permis une meilleure connaissance du remblai minier cimenté en pâte aux niveaux de sa structure, ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques et l'amélioration de sa qualité en visant tous les aspects qui conditionnent directement ou indirectement sa résistance (cohésion) par conséquent son potentiel à se liquéfier et son utilisation sécuritaire.
- Cette étude a montré que la cohésion au sein d'un remblai cimenté est conditionnée essentiellement par la nature et la texture de la phase liante de par sa composition chimique (taux de calcium, silicium, aluminium et sulfate), sa minéralogie (morphologie des hydrates du ciment néoformés) ainsi que sa densité (degré d'enchevêtrement aidé par la distribution granulométrique du résidu composant le remblai).
- Il existe une relation directe entre le niveau de comblement des espaces intergranulaires ainsi que l'aspect de la matrice cimentaire observées par imagerie au MEB et la résistance mécanique des échantillons étudiés; de même qu'une relation nette entre la surface spécifique des remblais et leur résistance mécanique.
- Plusieurs types de liants sont employés dans la fabrication du remblai en pâte. Selon les types de résidus et les types de liants, une phase dormante de 14 jours à 3 mois est observée. Durant cette phase, la formation des hydrates est faible impliquant très peu ou pas de résistance mécanique pour les remblais. C'est le cas particulier du remblai LRD (riche en soufre) qui ne donne pas de résistance à 14 jours et ce pour tous les liants testés. Passée cette date, seul les liants CP et FA donnent des résistances pour ce remblai. Les liants à base de scorie sont le siège d'une inhibition de l'hydratation et ce du moins jusqu'au 120^{ème} jour.
- Pour le cas du remblai de LVT, il a été possible de se mettre dans les mêmes conditions environnantes que celles de la mine souterraine. En effet, on a pu obtenir des résistances similaires à celles obtenues sur le terrain pour ce qui de la recette optimale : 5% de liant constitué de 80% Laitier et 20% Ciment Portland (type 10).
- Les remblais HML, quoi que très peu sulfureux, souffrent d'un désavantage par rapport à leur granulométrie (assez grossière) qui influence négativement l'acquisition de résistance mécanique.
- Une optimisation a été réalisée en ce qui concerne les recettes de fabrication du remblai (type et proportion du ciment) en fonction du type de résidu, et des résistances désirées aux moments utiles (abattage des piliers encore minéralisés).
- **Finalem^{ent}**, Il n'existe pas de recette "miracle" pour les remblais en pâte; chaque type de résidu et chaque eau de gâchage exigent que l'on s'attarde sur une optimisation en laboratoire d'une recette de liant (types de réactif hydraulique utilisés et leurs proportions dans le remblai), au lieu de procéder par des essais sur le terrain (souvent coûteux et éventuellement dangereux pour la vie des mineurs).

10.2 PERSPECTIVES

Même si cette étude nous a permis de disposer de nombreuses données et informations concernant le rôle et le mode d'hydratation des différents types de liant hydraulique sur l'acquisition de la résistance mécanique du remblai en pâte, il n'en demeure pas moins que de nombreux champs d'investigation restent à être explorés. En effet, dans cette étude les propriétés à court terme (entre 0 et 28 jours de cure) ainsi que l'influence de la viscosité du remblai en pâte (c'est-à-dire, le pourcentage de solide ou la teneur en eau de mise en place) n'ont pas été abordées. D'autre part, il n'y a pas eu de comparaison directe entre les propriétés du remblai en pâte *in situ* avec ceux du remblai en pâte fabriqué en laboratoire. **Dans un proche avenir**, les investigations suivantes peuvent être effectuées :

1. À partir de l'ensemble de nos résultats et des équations empiriques proposés, on peut réaliser un outil d'aide à la conception du remblai en pâte (mise au point de recettes optimisées) en suivant le schéma de l'outil expert proposé.
2. À partir de nos résultats, recenser et stocker dans une base de données les différents paramètres jouant un rôle important dans l'acquisition de la résistance mécanique par le remblai en pâte. Cette base de données pourrait constituer le point de départ d'une investigation plus exhaustive concernant les autres paramètres importants sur l'acquisition de la résistance par le remblai.
3. Étudier la rhéologie du remblai en pâte (viscosité) en vue de sa mise en place dans le chantier à l'aide de pipelines en mettant l'accent sur les caractéristiques telles que la vitesse d'écoulement du remblai, le temps de malaxage des mélanges, la température de la pâte fraîche, son indice de consistance (limites de plasticité et de liquidité) et sa densité critique (tassement instantané).
4. Étudier les propriétés mécaniques du remblai à court terme pour le design des bouchons et des barricades (un petit projet est déjà initié sur ce sujet avec le concours de la mine LRD).
5. Étudier le rôle du curage sous confinement sur l'acquisition de la résistance mécanique par le remblai en pâte ainsi que de son comportement dynamique (effet des vibrations dus aux tirs de production). Le confinement peut être appliqué à l'aide de cellules triaxiales ou de dispositifs spécialement mis au point.
6. Étude comparative entre les propriétés des remblais fabriqués et conditionnés en laboratoire et ceux fabriqués *in situ*. En effet, le malaxage du mélange de remblai se fait en laboratoire à l'aide d'un malaxeur mécanique (type bétonnière) tandis que dans le chantier minier il se fait par turbulence lors du transport du remblai dans les pipelines.
7. Étude du comportement mécanique du remblai *in situ* et de son interface avec les parois de l'excavation souterraine. Ceci permettra de mieux apprécier le rôle des discontinuités dans l'étude de la stabilité mécanique des remblais en place. Pour cela, le remblai *in situ* devrait être instrumenté avec différents types d'appareils de mesure tels que les capteurs de pression, des déplacements, des mouvements sismiques, de l'humidité relative (TDR) et des inclinomètres.
8. Modélisation numérique du comportement mécanique et de la stabilité du remblai en pâte en place dans le chantier, à l'aide de code de calculs par éléments finis, différences finies ou par éléments distincts utilisant des critères de rupture et des lois de comportement simples ou complexes.

11. APPLICABILITÉ DES RÉSULTATS DU PROJET

Nous estimons que le simple fait d'avoir prouvé, résultats à l'appui, que l'acquisition de la résistance mécanique par le remblai en pâte dépendait à la fois de la chimie du résidu et de l'eau de gâchage ainsi que de ses propriétés physiques est un grand pas. À la lumière de nos résultats, le résidu minier apparaît plus que jamais comme un "granulat" complexe ne réagissant pas de la même manière avec les différents types de liant. Désormais, il ne sera plus question de prendre n'importe quel résidu et de le mélanger avec n'importe quel ciment pour obtenir la résistance mécanique désirée. Il faudrait donc passer par l'optimisation des recettes de remblai pour chaque mine ou chaque type de résidu. La solution qui consiste à reprendre la recette de remblai en pâte d'une mine A (pour laquelle cette recette est adaptée) et de l'appliquer à la recette de la mine B n'est plus à envisager. Cette démarche pourrait être très dangereuse pour la sécurité des travailleurs miniers.

Tous les résultats obtenus dans le cadre de cette étude sont directement ou indirectement profitable pour les mines concernées. D'autre part, nous estimons que toute mine présentant des caractéristiques physiques et chimiques similaires à ces trois mines pourrait utiliser ces résultats (ou s'en inspirer) pour l'optimisation des recettes de remblai en pâte comme par exemple les mines Bouchard-Hebert (Cambior) et LRD (Agnico-Eagle). Certains de ces résultats sont déjà appliqués par des mines de la région :

- mine LRD : modification de la recette prévue par le consultant à la lumière des résultats de ce projet et souhait de pousser l'étude sur d'autres aspects importants (voir demande de renouvellement).
- mine LVT : l'optimisation réalisée concorde avec celle faite sur le site minier. Une réunion avec des responsables de cette mine est prévue pour bientôt afin de discuter des résultats de ce projet.

12. RETOMBÉES

L'ensemble des résultats de cette étude s'intègrent directement dans le cadre de l'utilisation sécuritaire du remblai cimenté en pâte dans les mines souterraines du Nord-Ouest Québécois. Cette utilisation sécuritaire du remblai en pâte ne peut aboutir que par une très bonne connaissance de l'ensemble de ses propriétés (physique, chimique et mécanique). Les principales retombées pour les mines, les consultants et les chercheurs s'intéressant au remblai en pâte sont :

- meilleure connaissance pluridisciplinaire du remblai en pâte sulfureux (caractérisations physique et géotechnique, chimique, microstructurale et mécanique);
- meilleure connaissance du rôle de chaque paramètre physique, microstructural et chimique sur l'acquisition de la résistance mécanique du remblai en pâte;
- meilleure connaissance des phénomènes d'hydratation des différents types de liant dans les remblais en pâte sulfureux;
- meilleure connaissance des phénomènes chimiques se déroulant dans les remblais en pâte sulfureux, offrant un meilleur guide pour l'optimisation des recettes.

13. RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUES

- BARSOTTI C. (1978). The evolution of fill mining at the Ontario Division of Inco Metals. *Mining with Backfill. Proc. of 12th Canadian Rock Mechanics symposium*, CIM special volume 19, pp. 37-41.
- BENZA AZOUA M. (1996). Caractérisation physico-chimique et minéralogique de produits miniers sulfurés en vue de la réduction de leur toxicité et de leur valorisation. *Thèse de doctorat* de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, France.
- BENZA AZOUA M. et BUSSIÈRE B. (1999a). Desulphurization of tailings with low neutralization potential: kinetic study and flotation modeling. *Sudbury'99, Mining and the environment II*, . Goldsack, N. Belzile, P. Yearwood and G. Hall Eds. Vol. 1, pp. 29-38.
- BENZA AZOUA M. et BUSSIÈRE B. (1999b). Effet du gonflement par les minéraux secondaires sur la qualité des remblais renfermant des sulfures. *Actes du congrès APGGQ*, Rouyn-Noranda, Québec, pp. 55-77.
- BENZA AZOUA, M., OUELLET, J., SERVANT, S., NEWMAN, P., VERBURG, R. (1999). Cementitious backfill with high sulfur content: Physical, chemical and mineralogical characterization. *Cement and Concrete Research*, 29, pp. 719-725.
- BERNER, R.L., LI M.G. and MOERMAN A. (1999). Effects of tailings and binder geochemistry on the physical strength of paste backfill. *Sudbury'99, Mining and the environment II*, Goldsack, N. Belzile, P. Yearwood and G. Hall Eds. Vol. 1, pp. 29-38.
- DELOYE, F.X. (1989). Action conjuguée du soufre et des alcalins dans les réactions Liant-granulats au sein du béton. *Bull. liaison labo. P. et Ch.*, Paris, 161, Réf. 3393 : 41-49.
- DIVET L. (1996). Consécutives à l'oxydation des pyrites contenues dans les granulats: Synthèse bibliographique, *Bull. Liaison du Lab. Central des Ponts et Chaussées*.
- DUCIC V. AND MILETIC S. (1987). Sulphate corrosion resistance of blended cement mortars. *Durability Build Mater*, 4, pp. 343-356..
- LAMOS, A.W. et CLARK, I.H. (1989). The influence of material composition and sample geometry on the strength of cemented backfill. *Innovation in Mining Backfill Technology*, Hassani et al. eds, Balkema Rotterdam : 89-94.
- LANDRIAULT D. (1995). Paste backfill mix design for Canadian underground hard rock mining. *Proc. of the 97th Annual General Meeting of the C.I.M. Rock Mechanics and Strata Control Session*, Halifax, Nova Scotia, May 14-18.
- LANDRIAULT D., VERBURG R., CINCILLA W. and WELCH D. (1997). Paste technology for underground backfill and surface tailings disposal applications, *Short course notes*, Canadian Institute of Mining and Metallurgy, Technical workshop – april 27, 1997, Vancouver, British Columbia, Canada, 120p.
- MITCHELL R.J. (1983). *Earth structures engineering*. London, Allen & Unwin. Chapter 6.
- MITCHELL R.J. and ROETTGER J.J. (1989). Analysis and modelling of sill pillars. *Innovations in mining backfill technology*. Balkema, Rotterdam, pp. 53-62.
- MITCHELL R.J. and WONG B.C. (1982). Behavior of cemented tailings sands. *Canadian Geotechnical Journal*, Vol. 19, pp. 289-295.

- MITCHELL, R.J. (1989a). Stability of cemented tailings backfill. *Computer and physical modelling in geotechnical engineering*. Balkema, Rotterdam, pp. 501-507.
- MITCHELL, R.J. (1989b). Model studies on the stability of confined fills. *Canadian Geotechnical Journal*, Vol. 26, pp. 210-216.
- NAYLOR J., FARMERY R.A. and TENBERGEN R.A. (1997). Paste backfill at the Macassa mine with flash paste production in a paste production and storage mechanism. *Proc. 29th annual meeting of the Canadian Mineral Processors*, Ottawa, Ontario, January 21-23. pp. 408-420.
- OUELLET J. (1995). Comportement contrainte-déformation du remblai hydraulique cimenté pour le remblayage minier. *48e conférence Canadienne de géotechnique*. Tendances en géotechnique, Vol. 1, pp. 25-32.
- OUELLET J., BIDWELL. T. J. and SERVANT S. (1998). Physical and mechanical characterisation of paste backfill by laboratory and in-situ testing. *MINEFILL '98 Proc. Sixth Int. Symp. on Mining with Backfill*, M. Bloss editor (Austr. Inst. Min. Metal.), Brisbane, Australia : 249-253.
- OUELLET, J., BENZAAZOUA, M. and SERVANT, S. (1998). Mechanical, Mineralogical and chemical characterisation of paste backfill. *Proc. 4th Int. Conf. on Tailings and Mine Waste*, Balkema, Rotterdam : 139-146.
- PETROLITO J., ANDERSON R.M. and PIGDON S.P. (1998). The strength of backfills stabilised with calcined gypsum. *MINEFILL '98. Proc. Sixth Int. Symp. on Mining with Backfill*, M. Bloss editor (Austr. Inst. Min. Metal.), Brisbane, Australia : 83-85.
- REGOURD M. (1984). Corrosion chimique des matériaux de construction minéraux. *Chantier Suisse*, Vol 15 : 115-120.
- REGOURD M., HORNAIN H., LEVY P. et MORTUREUX, B. (1980). Résistance du béton aux attaques physico-chimiques" *C.E.R.I.L.H.*, France, V II : 104-109.
- SALLERT N. (1978). Cut-and-fill mining with cemented mill tailing at Boliden Metall AB. *In Mining with backfill. 12th Canadian Rock Mechanics Symposium, Canadian Institute of Mining and Metallurgy*, Special Vol. 19, pp. 42-47.
- STONE D.M.R. (1993). The optimization of mix designs for cemented rockfill. *MINEFILL '93. Proc. fifth Int. Symp. on Mining with Backfill Johannesburg, SAIMM*, pp. 249-253.
- THOMAS E.G., NANTEL J.H. AND NOTLEY K.R. (1979). Fill technology in underground metalliferous mines. Kingston, Canada: *International Academic Services*.
- VERNET C. (1992). Durabilité des bétons: stabilité chimique des hydrates, in Baron J. et J.-P. Ollivier (eds), *Mécanismes de défense du béton face aux agressions chimiques*. Presses de l'ENPC, France, pp. 129-169.
- VILES R.F. and DAVIS R.T.H. (1989). New material technologies applied in mining with backfill. *Innovation in Mining Backfill Technology*, Hassani et al. eds, Rotterdam, Balkema pp. 95-101.
- WEAVER W.S. and LUKA R. (1970). Laboratory studies of cement-stabilized mine tailings. *Canadian Mining and Metallurgical Bulletin*, Vol. 64, No. 701, pp. 988-1001.

14. BIBLIOGRAPHIE

- BAROGHEL-BOUNY V. (1994). Caractérisation des pâtes de ciment et des bétons: méthodes, analyse, interprétations. *IST- Section publications du Laboratoire Central des Ponts et Chaussées*, 468p. ISBN 2-7208-5030-1.
- BARON J. et OLLIVIER J.-P. (1992). La durabilité des bétons, Collection de l'association technique de l'industrie des liants hydrauliques, *Presses de l'école nationale des ponts et chaussées*. 453p, ISBN 2-85978-184-6.
- BERNER R.A. (1978). Rate control of mineral dissolution under earth surface conditions. *Am. J. Sci.*, Vol. 278. pp. 1235-1252.
- BERNER R.A. (1981). Kinetics of weathering and diagenesis. in *Kinetics of Geochemical Processes*, Lasaga, A.C. and Kirkpatrick, R.J. (eds), *Min. Soc. Amer. Reviews in Mineralogy*, 8. pp. 111-134.
- BERNER R.A. and HOLDREN, G.R. (1977). Mechanisms of feldspar weathering. Some observational evidence. *Geology*, 5. pp. 369-372.
- BERNER R.A. and HOLDREN, G.R. (1979). Mechanisms of feldspar weathering – II. Observations of feldspars from soil. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Vol. 43, pp. 1173-1186.
- BERTHELIN J. (1987). Des bactéries pour extraire des métaux. *La recherche*, Vol. 188, pp. 720-725.
- BOWLES J. E. (1984). Physical and geotechnical properties of soils. Second edition, *McGraw-Hill Book Company*. 578p. ISBN 0-07-006772-4.
- CARLES-GIBERGUES A., SAUCIER F., GRANDET J. and PIGEON M. (1993). New to old concrete bonding : Influence of sulfates type of new concrete on interface microstructure. *Cement and Concrete Research*, Vol. 23, pp. 431-441.
- EVANGELOU V.P. (1995). Pyrite Oxidation and Its Control. *CRC Press*.
- GALOP R.S. et TAYLOR H.F.W. (1992). Microstructural and microanalytical studies of sulfate attack. I. Ordinary Portland cement paste. *Cement and Concrete Research*, Vol. 22, pp. 1027-1038.
- HASSANI F. and ARCHIBALD J. (1998). *Mine backfill*, CD-ROM, 263p,
- HOEK E. (1998). Rock engineering. *Course notes*. University of Toronto, Ontario, Canada, 313p.
- LAWRENCE C.D. (1992). The influence of binder type on sulfate resistance. *Cement and Concrete Research*, Vol. 22, pp. 1047-1058.
- LOWSON R.T. (1982). Aqueous oxidation of pyrite by molecular oxygen. *Chemical Reviews*, No.5, Vol. 82, pp. 461-497.
- LUTHER III, G.W. (1990). The frontier-molecular-orbital theory approach in geotechnical processes. In *Aquatic Chemical Kinetics*, Stumm W. (ed), *John Wiley & Sons, Inc.*, New York, 173p.
- MANGAT P.S. and EL-KHATIB J.M. (1992). Influence of initial curing on sulphate resistance of blended cement concrete. *Cement and Concrete Research*, Vol. 22, pp. 1089-1100.
- MIDGLEY H.G. (1958). The staining of concrete by pyrite. *Mag. Concrete Research*, Vol.10, N°29, pp. 75-78.
- MIELLENZ R.C. (1963). Reaction of aggregates involving solubility, oxidation, sulfates or sulfides, Properties of concrete, Highway Research, Report n°43, *Highway research Board*, pp 8-18.

- MOSES C.O. and HERMAN J.S. (1991). Pyrite oxidation at circumneutral pH. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55 : 471-482.
- MOSES C.O., NORDSTROM D.K., HERMAN J.S. and MILLS A.L. (1987). Aqueous pyrite oxidation by dissolved oxygen and ferric iron. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 51, pp. 1561-1571.
- MOUN J. and ROSENQVIST I.T. (1956). Sulfate attack on concrete in the Oslo region. *Journal of the American Concrete Institute*, Title N° 56-18, pp. 257-264.
- PIASTA W.G. and SCHNEIDER U. (1992). Deformations and elastic modulus of concrete under sustained compression and sulphate attack. *Cement and Concrete Research*. Vol. 22, pp. 149-158.
- PING X. and BEAUDOIN J.J. (1992). Mechanism of sulphate expansion, II. Validation of hydrodynamic theory. *Cement and Concrete Research*. Vol. 22, pp. 845-854.
- STRÖMBERG B. (1997). Weathering Kinetics of Sulphidic Mining Waste : an Assessment of Geochemical Process in the Aitik Mining Waste Rock Deposits. *AFR-Report 159*, Department of Chemistry, Inorganic Chemistry, Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden.
- YANG S. ZHONGZI X., PING X. and MINGSHU T. (1992). A New method of enhancing cement-aggregate interfaces, II. Mechanical properties and sulfate attack resistances of mortars. *Cement and Concrete Research*, Vol. 22, pp. 769-773.