

Liants chaux-sédiment : effet de la composition minéralogique et de la teneur en chaux

Morgan CHABANNES^{1,2}, Salim KOURTAA^{1,2}, Frédéric BECQUART^{1,2}, Nor-Edine ABRIAK^{1,2}

¹IMT Nord Europe, Institut Mines-Télécom, CERI Matériaux et Procédés, 59000 Lille

²Univ. Lille, IMT, ULR 4515 – LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement, 59000 Lille

RÉSUMÉ La première Réglementation Environnementale (RE 2020) encourage le recours aux modes constructifs permettant le stockage temporaire du carbone comme c'est le cas des bétons à base de granulats végétaux. Les liants qui sont utilisés pour leur fabrication sont très souvent des chaux formulées qui contribuent de manière prépondérante à l'impact carbone global. Il est donc pertinent de privilégier l'utilisation de matériaux pouzzolaniques en combinaison avec une faible proportion de chaux hydratée pour la conception du liant. Tenant compte de la raréfaction des ressources minérales non renouvelables et du potentiel de la région Hauts-de-France, cette étude propose l'évaluation d'une nouvelle voie de valorisation des sédiments de dragage marins en association avec la chaux hydratée pour la formulation de liants bas-carbone. Trois sédiments issus du GPMD (Grand Port Maritime de Dunkerque) et de composition différente (proportion de la fraction sableuse et des fines argilo-limoneuses) ont été micronisés par broyage à jet d'air à lit fluidisé en visant un diamètre médian identique (de l'ordre de 2 microns). Ils ont constitué par la suite 70 à 90% en masse d'un liant chaux-sédiment conservé en conditions endogènes à 20°C ou 50°C. Le durcissement, la cinétique de réaction (chaux fixée par ATG) et les produits d'hydratation (DRX) ont été suivis jusqu'à 365 jours et le réseau poral (poro-Hg) a été examiné après 180 jours. Les résultats ont montré des écarts notables entre les performances mécaniques des liants selon le sédiment utilisé et une résistance à la compression de 13 MPa après 365 jours à 50°C avec le liant incorporant le sédiment le plus riche en quartz (~73% de SiO₂). Par ailleurs, la teneur en chaux optimale s'est révélée être de 20% en masse du point de vue de la cinétique de durcissement jusqu'à 180 jours.

Mots-clefs Sédiments marins, Micronisation, Chaux hydratée, Liants bas-carbone, Réactivité pouzzolanique

I. INTRODUCTION

La réduction de l'empreinte carbone des matériaux de construction tout en garantissant l'efficacité énergétique des bâtiments est un enjeu primordial pour lequel une réponse peut être apportée par l'utilisation croissante de matériaux biosourcés. D'inspiration ancestrale, le béton de chanvre a fait l'objet de nombreux travaux de recherche depuis le début des années 1990. Il incorpore toutefois souvent des liants à base de chaux formulées (i.e. chaux hydratée avec liants hydrauliques) dont la contribution sur le Pouvoir de Réchauffement Global est prépondérante [Arehart et al., 2020]. L'utilisation de matériaux ayant des propriétés pouzzolaniques (aptitude à combiner de la chaux en présence d'eau pour former un liant) offre néanmoins l'opportunité de n'inclure que de très

faibles proportions de chaux dans le liant [Pichon, 1994]. L'association de pouzzolanes naturelles avec la chaux pour la production de liants remonte à l'Antiquité Romaine. En effet, dans le traité de Vitruve, des mortiers à base de matériaux pyroclastiques et de briques de terre cuite pilées sont décrits. Ces liants ont été délaissés avec l'avènement du ciment Portland alors qu'ils conservent un intérêt notable pour des applications dans l'éco-construction et la réhabilitation du bâti ancien. Les pouzzolanes naturelles ne sont pas disponibles dans la région Hauts-de-France. Cependant, des volumes importants de sédiments sont déposés sur les fonds marins des ports côtiers et font l'objet d'un dragage régulier pour éviter l'envasement. La composition de ces sédiments marins étant en partie issue de sources terrigènes, il est fréquent d'y retrouver une proportion importante en sable quartzueux accompagnée de feldspaths et minéraux argileux [Li and Schoonmaker, 2003]. La réactivité pouzzolanique est souvent associée à la présence du verre volcanique (pouzzolanes naturelles) et du contenu amorphe (ex. argiles calcinées). Cependant, la capacité du quartz ou de certains minéraux argileux à réagir avec la chaux est avérée dans certaines études avec une forte dépendance à la température de cure des mélanges ainsi qu'à la surface spécifique des poudres employées. Par exemple, l'étude de [Yao et al., 2020] montre un durcissement conséquent de pâtes à base de quartz micronisé ($D_{50} = 1,4 \mu\text{m}$ et surface spécifique BET $\sim 5,5 \text{ m}^2/\text{g}$) et de CaO conservées à 20°C . Un autre travail [Bénézet et Benhassaine, 1999] montre que la réactivité du quartz à 100°C est appréciable pour un diamètre médian inférieur à $5 \mu\text{m}$. Ces éléments portent à croire qu'un durcissement de liants constitués de sédiments marins micronisés et de chaux pourrait avoir lieu. L'objectif de la présente étude est de valoriser des sédiments marins sans calcination mais après une micronisation par broyage à jet d'air à lit fluidisé afin d'élaborer de nouveaux liants pour bétons biosourcés. Il s'agit ainsi d'étudier la cinétique de réaction et le durcissement des mélanges avec des sédiments ayant des topologies minéralogiques différentes. Par ailleurs, l'effet de la teneur en chaux (i.e. 10, 20 et 30% en masse) est étudié avec l'un des sédiments. Le sédiment n'est donc plus seulement une addition minérale mais constitue au moins 70% en masse du liant.

II. MATÉRIAUX ET MÉTHODES

A. Matériaux

Les trois sédiments marins étudiés (MS1, MS2 et MS3) ont été dragués dans le GPMD en 2019 et déshydratés par lagunage actif. Ils sont non inertes non dangereux selon la directive 99/31/CE. Leurs teneurs en fines déterminées par un lavage à $63 \mu\text{m}$ sont respectivement de 20, 40 et 70% pour MS1, MS2 et MS3. Après un séchage à 50°C , les sédiments ont été micronisés par broyage à jet d'air à lit fluidisé pour viser un diamètre médian d'environ $2 \mu\text{m}$ [Lacombe, 2020]. La chaux hydratée commerciale (SuperCalco®97, Carmeuse) en poudre contient 94% de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en masse.

B. Élaboration des mélanges et conditions de cure

Après micronisation, les sédiments ont été mélangés à 20% en masse de chaux hydratée. Pour le mélange à base de chaux et du sédiment MS2, trois teneurs massiques en chaux ont été testées i.e. 10, 20 et 30%. Le rapport Eau/Poudre (E/P) a été déterminé suite à un test d'étalement [Domone et Hsi-Wen, 1997]. Les pâtes ont été coulées dans des moules cylindriques ($D = 2,7 \text{ cm}$, $H = 5,4 \text{ cm}$) et conservées en conditions endogènes ($\text{HR} > 95\%$) à 20°C ou 50°C pendant 365 jours.

C. Essais de résistance à la compression

Les résistances à la compression ont été mesurées à l'aide d'une presse électromécanique (Instron) munie d'un capteur de force de capacité 10 kN avec une vitesse de chargement de 1,5 kN.min⁻¹. Les éprouvettes ont été testées à un degré de saturation en eau correspondant à la sortie de cure endogène.

D. ATG – DRX – Porosimétrie mercure

Les analyses en ATG, DRX et porosité au mercure ont été opérées sur des échantillons soumis à un arrêt d'hydratation par échange d'isopropanol et séchage sous vide.

Les ATG (Mettler Toledo) ont été réalisées sous N₂ de 25°C à 950°C avec une vitesse de chauffe de 10°C.min⁻¹. La quantité d'hydroxyde de calcium (CH) fixée par les sédiments marins micronisés en fonction du temps a été calculée relativement au pourcentage de CH initialement présent dans le mélange (CH_i (%)) selon l'expression suivante (Eq.1) :

$$\text{CH fixé (\%)} = [(\text{CH}_i (\%) - \text{CH libre (\%)} - \text{CH carbonaté (\%)}) / \text{CH}_i (\%)] * 100 \quad (1)$$

Où CH libre est la proportion de CH disponible à un âge donné et quantifié par ATG entre 400°C et 500°C et CH carbonaté est la proportion de CH transformé en carbonate de calcium (CC) dont la perte de masse se produit entre 500°C et 800°C, en tenant compte de la teneur initiale en CC des sédiments.

Concernant la cinétique de réaction en fonction de la teneur en chaux, la quantité de CH fixée est exprimée en gramme de CH consommé pour 100 grammes de sédiment (anhydre) avec MS (%), la proportion massique initiale de sédiment introduite dans le mélange (Eq. 2) :

$$\text{CH fixé (g CH/100g MS)} = [\text{CH}_i (\%) - \text{CH libre (\%)} - \text{CH carbonaté (\%)}] * (100 / \text{MS} (\%)) \quad (2)$$

Les analyses en DRX ont été menées de 10 à 80° (2 θ) avec un pas angulaire de 0,02°, à l'aide d'un diffractomètre D2 Phaser (Bruker), en radiation CuK α .

L'étude du réseau poral après 180 jours de cure a été réalisée par porosimétrie mercure (AutoPore V 9600, Micromeritics). Les échantillons de pâtes durcies ont été insérés dans une cellule de 5 cm³ et la mesure a été réalisée par incréments de pression jusqu'à une pression maximale de 200 MPa, correspondant ainsi à une taille de pore minimale d'environ 6 nm. La distribution de la taille des pores est analysée à partir des courbes d'intrusion différentielle (en mL/g).

III. RÉSULTATS ET DISCUSSION

A. Composition chimique et minéralogique des sédiments

La composition en oxydes des sédiments est reportée dans le Tableau 1 et révèle des teneurs en SiO₂ variables. Les teneurs majeures en SiO₂ pour MS1 et MS2 sont en lien avec leur faible teneur en fines avant la micronisation et par conséquent à la prédominance du sable quartzueux. Par ailleurs, la composition minéralogique de MS1 et MS2 est très semblable (FIG 1) montrant une présence très marquée du quartz et de la calcite. On note également la présence de feldspath, du

gypse et de la pyrite. Le sédiment MS3 se démarque des autres sédiments avec une faible teneur en SiO₂ que l'on attribue à une nature plus largement limono-argileuse associée à une proportion plus faible en quartz. En effet, la kaolinite est très clairement visible pour MS3, accompagnée de la présence de muscovite et de microcline. La présence de ces phases explique les plus fortes teneurs en Al₂O₃ et en K₂O de MS3 par rapport aux autres sédiments. Aussi, les pics associés au gypse et à la pyrite sont plus intenses dans le cas de MS3, en lien avec des teneurs plus élevées en Fe₂O₃ et SO₃. Enfin, MS3 se caractérise par une forte teneur en calcite (~38% par ATG) par comparaison aux sédiments MS1 et MS2 pour lesquels cette quantité de calcite a été estimée à environ 20%, ceci expliquant par ailleurs les résultats en SFX pour le CaO.

TABLEAU 1. Composition chimique des sédiments (préalablement calcinés à 550°C) par SFX (%)

Sédiment	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SO ₃	PAF
MS1	57,9	3,5	2,0	8,9	0,6	1,2	1,0	0,1	0,1	–	1,2	22,9
MS2	73,4	3,0	1,9	8,3	0,5	1,0	0,9	0,1	0,1	–	1,1	9,3
MS3	34,4	9,7	7,7	19,6	2,4	1,3	1,9	0,4	0,4	0,2	3,8	17,7

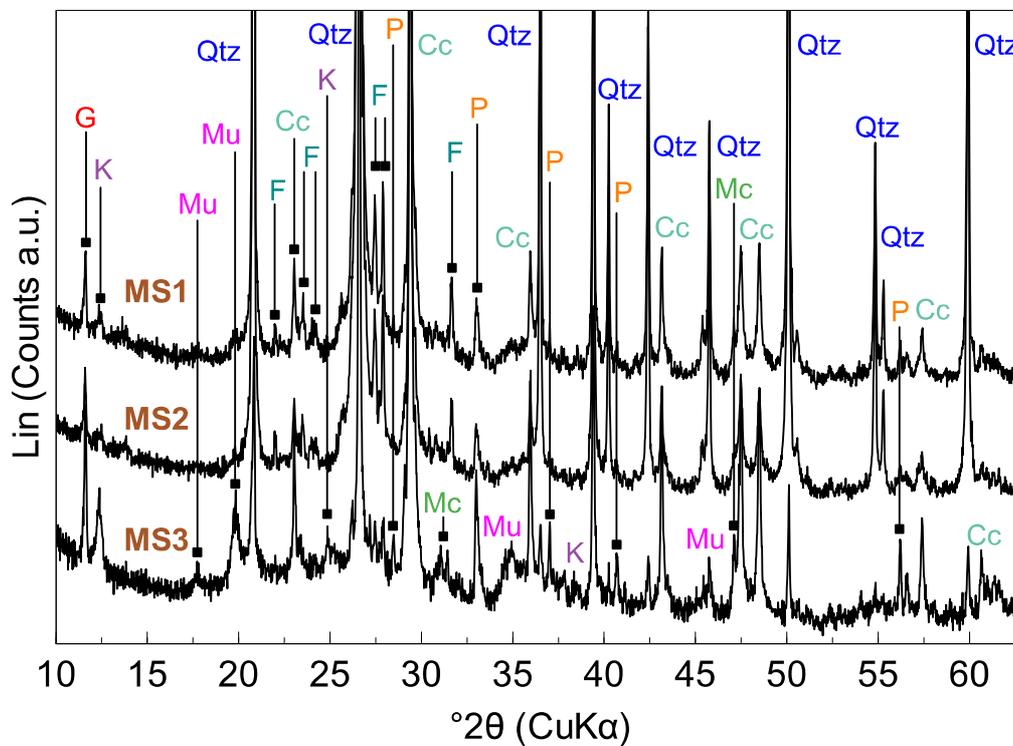


FIGURE 1. Diffractogrammes des sédiments marins micronisés.

G : Gypse, K : Kaolinite, Mu : Muscovite, Qtz : Quartz, F : Feldspath plagioclase, Mc : Microcline, Cc : Calcite, P : Pyrite

B. Propriétés physiques des sédiments et ratio E/P des pâtes

Suite à la micronisation des sédiments, la distribution granulométrique des poudres est identique (quasi-superposition des courbes granulométriques), se traduisant ainsi par un diamètre médian dans l'intervalle 1.8 – 2.5 μm (voir Tableau 2). Cependant, on note une surface spécifique BET de MS3 nettement plus élevée qui s'explique par sa nature minéralogique différente et notamment la

présence plus importante des minéraux argileux et de la matière organique (voir PAF à 550°C dans le Tableau 2) qui confèrent une grande surface spécifique au sédiment.

TABLEAU 2. Propriétés physiques des sédiments et de la chaux hydratée commerciale

Matériaux	MS1	MS2	MS3	Chaux hydratée
D ₁₀ (µm)	0,65	0,62	0,61	0,64
D ₅₀ (µm)	2,48	2,32	1,84	2,36
D ₉₀ (µm)	5,01	4,82	4,72	12,90
SS BET (m ² .g ⁻¹)	6,90	4,54	18,91	17,66
Densité absolue	2,64	2,65	2,47	2,33
PAF – 550°C (%)	7,06	4,99	16,15	–

En relation avec les propriétés physico-chimiques des sédiments micronisés, les rapports E/P des pâtes sont reportés dans le Tableau 3. La demande en eau importante de MS3 implique une teneur massique en eau élevée pour la mise en œuvre du liant. Par ailleurs, un rapport E/P fixe a pu être retenu pour évaluer l'effet de la teneur en chaux (CH10/20/30 – MS2 dans le Tableau 3).

TABLEAU 3. Rapports Eau/Poudre (E/P) des pâtes et dénominations (CH20 : 20% de chaux)

Pâtes	CH20 – MS1	CH10/20/30 – MS2	CH20 – MS3
E/P	0,70	0,73	1,10

C. Cinétique de durcissement

A 20°C, aucun durcissement n'est constaté avant 90 jours. Parmi l'ensemble des configurations, la résistance en compression la plus élevée (1.7 MPa) est obtenue après 365 jours pour CH20–MS2.

A 50°C, l'évolution de la résistance en compression jusqu'à 365 jours de cure est reportée dans la FIG 2a en fonction du type de sédiment avec 20% de chaux. Le développement de résistance en compression est le plus significatif pour CH20–MS2 qui atteint 13 MPa à 1 an. La performance mécanique de CH20–MS1 reste inférieure jusqu'à 180 jours mais s'avère finalement semblable à celle de CH20–MS2 à 1 an (12,3 MPa). Cependant, la cinétique de durcissement de CH20–MS3 est sans commune mesure avec celle des pâtes incorporant MS1 et MS2. En effet, le durcissement ne débute qu'à partir de 60 jours et la résistance en compression à 1 an n'est que de 3,5 MPa. De prime abord, il convient de noter que ces résultats sont affectés par le rapport E/P, en particulier celui de CH20–MS3 où l'excès d'eau ajoutée va se traduire par une plus grande porosité capillaire. Il semble toutefois que l'utilisation du sédiment marin le plus riche en quartz (MS2) soit favorable au développement de résistance mécanique.

La température de cure joue un rôle important et les résultats montrent que les mélanges étudiés nécessitent de longues périodes de cure comme c'est le cas des systèmes quartz – CaO/CH – H₂O [Yao et al., 2020].

La FIG 2b montre l'effet de la teneur initiale en chaux en utilisant le sédiment MS2. Il apparaît qu'une teneur en chaux de 20% est optimale sur le plan de la cinétique de durcissement jusqu'à 180 jours. Néanmoins, une évolution importante de la résistance en compression de CH30–MS2 est constatée entre 180 et 365 jours permettant d'atteindre une même résistance (13 MPa). En ce qui concerne CH10–MS2, la cinétique de durcissement est comparable à celle des autres mélanges

jusqu'à 60 jours de cure. En revanche, un plafonnement de résistance mécanique est clairement constaté au-delà et l'évolution reste très faible entre 60 et 365 jours (5 à 5,8 MPa).

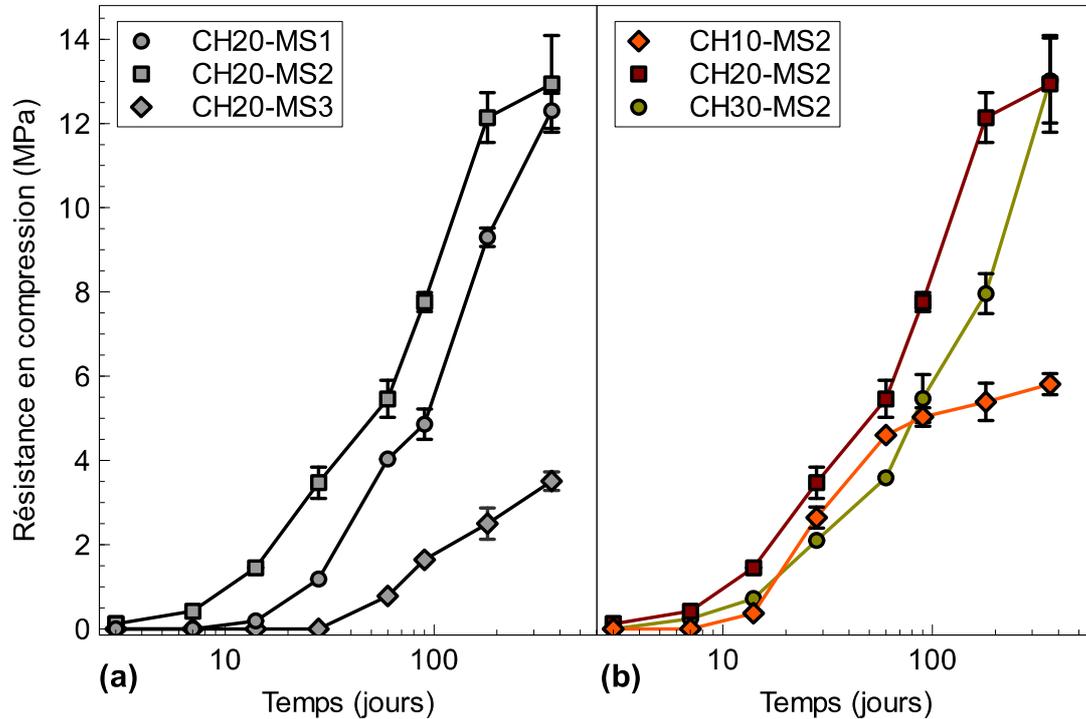


FIGURE 2. Évolution de la résistance en compression au cours du temps (cure endogène à 50°C) (a) selon le sédiment utilisé avec 20% de chaux, (b) selon la teneur initiale en chaux avec le sédiment MS2

D. Cinétique réactionnelle et produits d'hydratation

La FIG 3a reporte les courbes TG – DTG pour le liant CH20–MS2 à 180 jours. La chaux non combinée est bien visible à 20°C tandis qu'une consommation de la totalité de la chaux présente est bien constatée à 50°C. En effet, la cinétique de consommation de chaux en FIG 3b montre un taux élevé de fixation à 50°C qui par ailleurs est assez semblable quel que soit le sédiment utilisé. La chaux est consommée le plus rapidement avec CH20–MS2 où l'épuisement complet du milieu en CH libre est constaté dès 60 jours. En revanche, à 20°C, on peut constater un ralentissement de la consommation entre 7 et 60 jours puis une pseudo-stabilisation jusqu'à 365 jours. En plus de la micronisation par broyage à jets d'air qui augmente significativement l'énergie libre de surface, active la couche superficielle des grains et ainsi améliore la dissolution des produits [Clerc, 1992], la température élevée permet d'accélérer cette dissolution et rendre disponibles de plus grandes quantités en SiO_2 et Al_2O_3 permettant en définitive une consommation totale de la chaux. A 20°C, la consommation de chaux plus importante pour MS3 peut s'expliquer par sa plus grande surface spécifique par rapport aux autres sédiments. La perte de masse entre 80°C et 400°C, attribuée en grande partie à l'eau liée aux hydrates (FIG 3a) se traduit en DTG par un pic à 80 – 100°C lié à la décomposition de l'ettringite (AFt), cette dernière étant clairement identifiée en DRX pour la cure à 20°C (FIG 4a). Elle est associée à la disparition du pic de diffraction attribué au gypse. A 50°C, le

signal DTG suggère une présence plus significative des C-(A)-S-H (décomposition majeure dans l'intervalle 100 – 250°C). Les C-S-H sont toutefois très difficiles à identifier en DRX en raison de leur structure faiblement cristalline et de la superposition avec le pic de diffraction de la calcite.

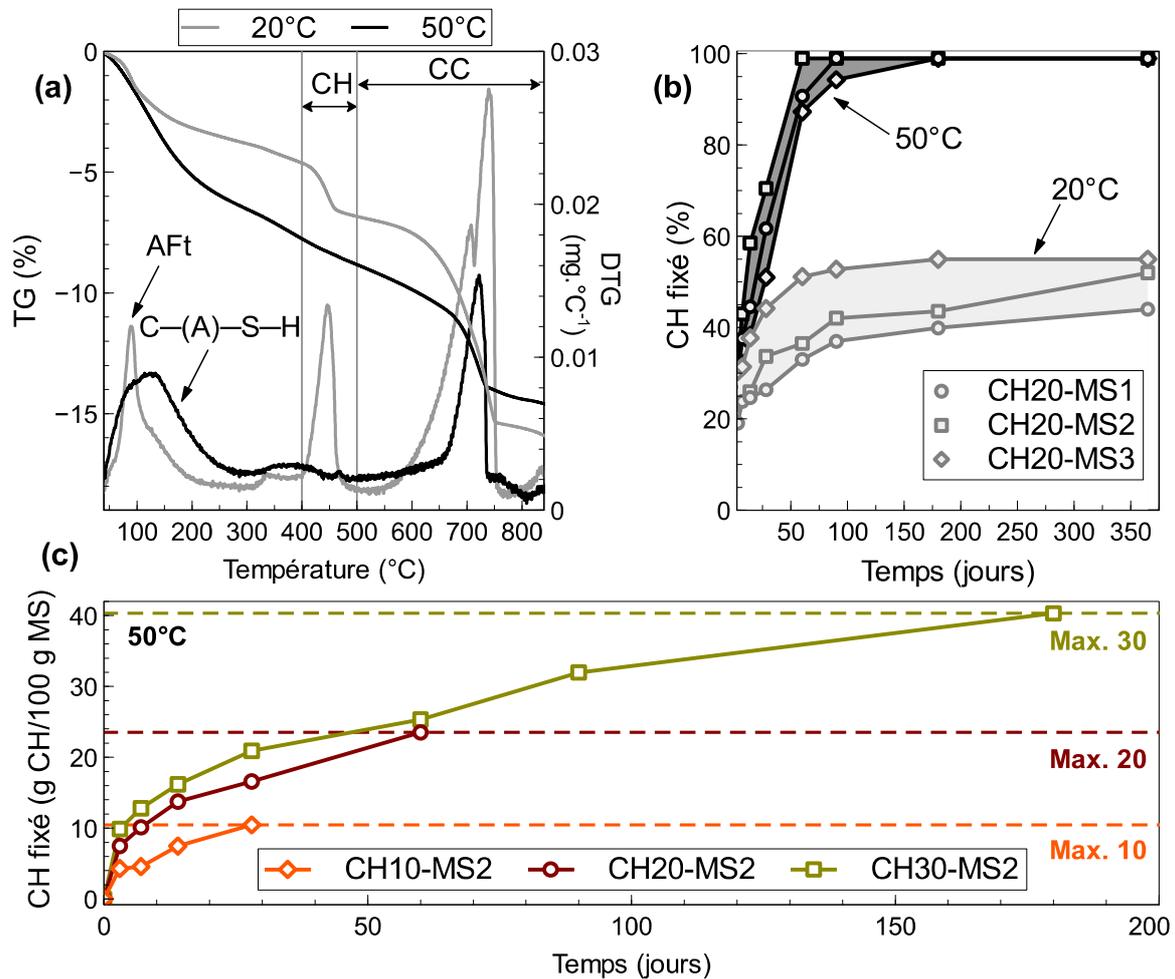


FIGURE 3. (a) Courbes TG – DTG du liant CH20–MS2 après 180 jours de cure à 20°C et 50°C, (b) Chaux fixée au cours du temps selon le sédiment utilisé, (c) Évolution de la chaux fixée selon la teneur initiale en chaux dans le mélange CH–MS2 pour la cure à 50°C.

La disparition du pic associé à l'ettringite à 50°C et 180 jours pour le liant CH20–MS2 montre que celle-ci est déstabilisée au cours du temps car bien visible au jeune âge. Pour autant, aucune phase AFm n'a été détectée en DRX (FIG 4b). En revanche, dans le cas du liant CH20–MS3 uniquement, l'ettringite reste présente à 50°C. Ce résultat s'explique par la plus forte teneur en alumine et en sulfates dans le sédiment MS3. En effet, la proportion en gypse du sédiment MS3 apparaît comme étant plus élevée que celle des sédiments MS1 et MS2. De plus, les pics de diffraction associés à la kaolinite tendent à disparaître au cours du temps et démontrent son implication dans la réaction du sédiment MS3 avec la chaux (FIG 4c-d). Il en résulte ainsi une quantité significative d'AFt pour CH20-MS3 par rapport aux liants incorporant les sédiments plus riches en quartz (MS1 et MS2)

pour lesquels le produit d'hydratation principal est certainement le C-S-H contribuant davantage au développement de la résistance mécanique (FIG 2a).

En ce qui concerne l'effet de la teneur en chaux (FIG 3c), étudié à 50°C, on observe que la quantité de CH fixé par le sédiment par unité de temps augmente avec la proportion de chaux initialement présente. Par ailleurs, le temps nécessaire pour parvenir à une consommation totale de la chaux disponible dans le milieu augmente avec la teneur initiale en chaux. La consommation totale est obtenue après 180 jours dans le cas du liant CH30-MS2. Ce dernier système reste donc encore très évolutif du point de vue mécanique si l'on se réfère à l'évolution de résistance en compression des liants CH10-MS2 et CH20-MS2 pour des temps de cure excédant l'échéance d'appauvrissement complet du milieu en CH. La stabilisation de la résistance en compression du liant CH10-MS2 au-delà de 60 jours s'explique par le manque de chaux dès 28 jours (FIG3 c). A l'inverse, la plus faible résistance en compression du liant CH30-MS2 par rapport au liant CH20-MS2 avant 365 jours est attribuée à la proportion plus importante de chaux libre non combinée.

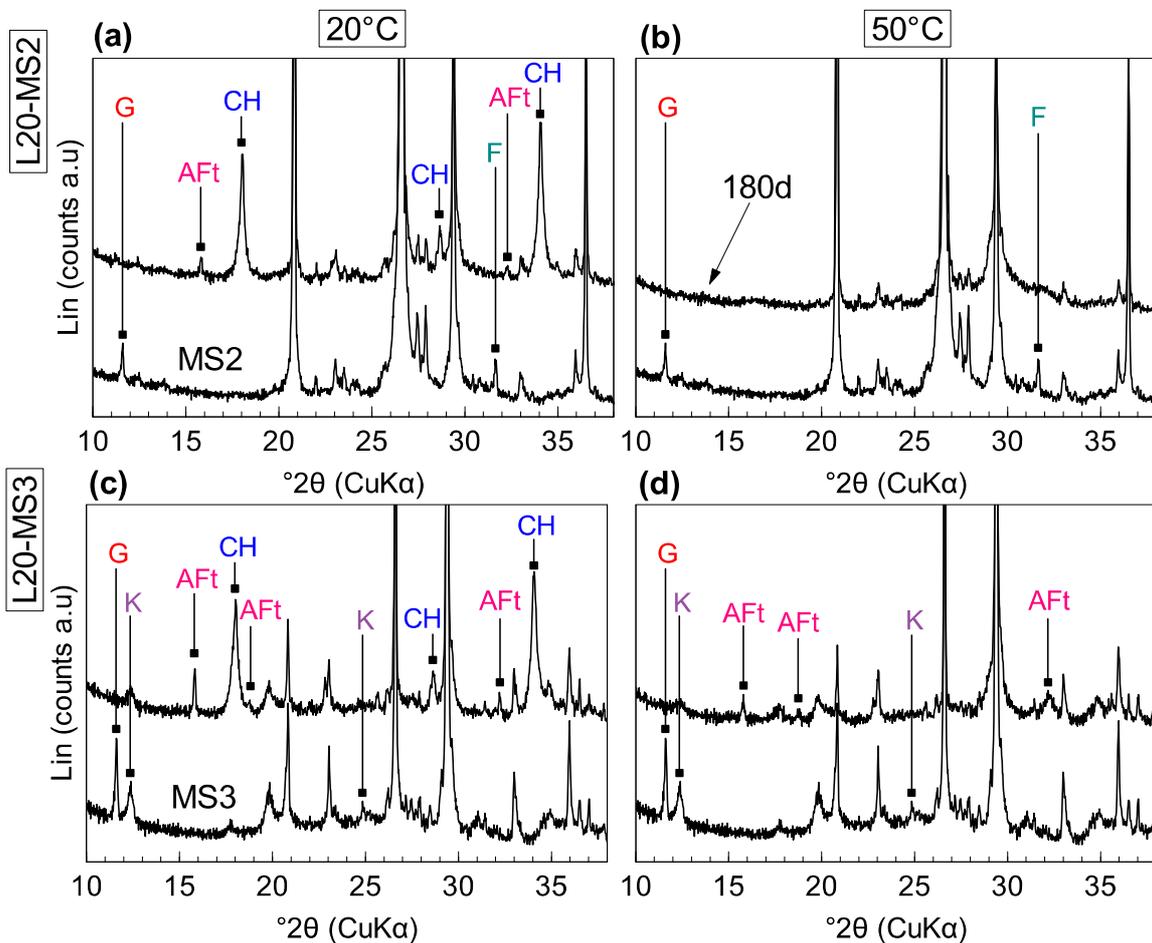


FIGURE 4. Diffractogrammes des pâtes à 180 jours (a) CH-MS2 à 20°C, (b) CH-MS2 à 50°C, (c) CH-MS3 à 20°C, (d) CH-MS3 à 50°C. Note : les diffractogrammes pour CH-MS1 (non représentés) sont très proches de ceux obtenus pour CH-MS2

E. Porosité

La distribution porale des pâtes durcies après 90 et 180 jours de cure à 50°C selon la teneur initiale en chaux est reportée en FIG 5. Le rapport E/P dans ce cas de figure est maintenu constant. Après 90 jours, la taille de pore critique, correspondant à la projection du premier pic de distribution sur l'axe des abscisses, est assez proche pour les liants CH10–MS2 et CH30–MS2 (de l'ordre de 0,08 à 0,1 μm). Elle se démarque cependant plus nettement pour CH20–MS2 (environ 0,035 μm). Ces résultats sont en bonne corrélation avec la résistance en compression à cette échéance (FIG 2b). Après 180 jours, on constate un raffinement de la distribution poreuse de CH30–MS2 (matérialisé par les lignes en pointillé sur la FIG 5) pour lequel la taille de pore critique se rapproche fortement de celle du liant CH20–MS2, en accord avec l'évolution de résistance mécanique.

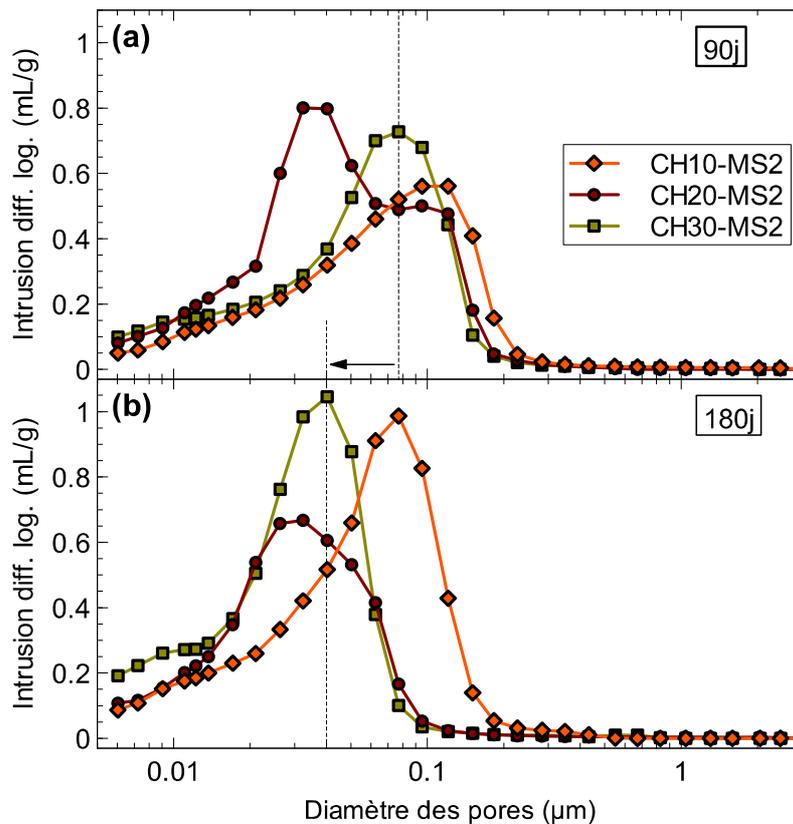


FIGURE 5. Distribution de la taille des pores en fonction de la teneur initiale en chaux après (a) 90 jours et (b) 180 jours de cure à 50°C

IV. CONCLUSIONS

Les conclusions suivantes découlent de cette étude :

- L'association de chaux hydratée et de sédiments marins micronisés permet de former des liants dont le durcissement est appréciable à long terme en cure humide à 50°C.
- La cinétique de consommation de chaux à 20°C a tendance à plafonner dans le temps

et évolue très lentement durant une année. L'élévation de la température de cure à 50°C accélère considérablement la vitesse de réaction et le sédiment le plus riche en quartz ($\text{SiO}_2 \sim 73\%$) peut combiner la totalité de l'hydroxyde de calcium disponible même lorsque la proportion initiale en chaux du liant va jusqu'à 30%. L'optimum de résistance mécanique avec ce sédiment est obtenu pour une proportion en chaux de 20% jusqu'à 180 jours.

- Le taux de combinaison de la chaux semble fortement lié à la surface spécifique des sédiments tandis que le durcissement est influencé par leur composition chimique et minéralogique. La formation d'AfT est identifiée par DRX dans tous les cas de figure mais ne reste stable à 50°C qu'avec le sédiment le plus riche en Al_2O_3 et SO_3 (MS3). Sa contribution à la résistance mécanique apparaît ici négligeable par rapport à celle des C-S-H.

REFERENCES

J.H. Arehart, W.S. Nelson, W.V. Srubar III. (2020). On the theoretical carbon storage and carbon sequestration potential of hempcrete. *Journal of Cleaner Production*, 266, 121846.

H. Pichon (1994). Le système "Pouzzolanes naturelles – chaux – eau" à 38°C et 100°C. Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourier, Grenoble.

Y. H. Li, J.E. Schoonmaker (2003). Chemical Composition and Mineralogy of Marine Sediments. *Treatise on Geochemistry*, vol. 7, ISBN 0-08-043751-6. Elsevier, p. 1-35.

G. Yao, T. Cui, J. Zhang, J. Wang, X. Lyu (2020). Effects of mechanical grinding on pozzolanic activity and hydration properties of quartz. *Advanced Powder Technology*, 31, 4500-4509.

J. C. Bénézet, A. Benhassaine (1999). Grinding and pozzolanic reactivity of quartz powders. *Powder Technology*, 105, 167-171.

T. Lacombe (2020). Formulation et solidification par voie hydrothermale de charges minérales poreuses à base cimentaire : application aux matières premières secondaires, cas des sédiments de dragage portuaire. Thèse de doctorat de l'Université de Lille.

P. Domone, C. Hsi-Wen (1997). Testing binders for high-performance concrete. *Cement and Concrete Research* 27(8), 1141-1147.

L. Clerc (1992). Broyage ultrafin de carbonates naturels : Paramétrisation, modélisation et conséquences physico-chimiques. Thèse de doctorat de l'École Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne et l'Institut National Polytechnique de Grenoble.

REMERCIEMENTS

Les auteurs expriment leurs remerciements à la région Hauts-de-France et le Fonds Européen de Développement Régional (FEDER) pour le soutien financier à cette étude.