

---

Soumis le : 28 Septembre 2012  
 Forme révisée acceptée le : 10 Février 2013  
 Email de l'auteur correspondant :  
 d.elouazzani@gmail.com

---

# Etude préliminaire de la valorisation des boues de papeterie comme matières premières secondaires dans les mortiers de ciment Portland

Dounya Chahidi ELOuazzani<sup>a</sup>, Khalifa Mansouri<sup>a</sup>, Christian Bopda Fokam<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technique, Bd Hassan II, Mohammedia Maroc

<sup>b</sup>Ecole des Mines de Meiganga, Université de Ngaoundéré BP 454, Cameroun

## Résumé :

Dans l'objectif de valoriser les boues de papeterie dans le BTP, cet article présente une étude expérimentale minéralogique et mécanique de l'utilisation des boues de papeterie comme substituant partiel du ciment Portland. L'amélioration de l'activité pouzzolanique de boues de papeterie est obtenue lors d'un traitement thermique par incinération à des températures allant de 650°C à 800°C, ceci afin de transformer la kaolinite présente à l'état initial en métakaolin et d'éliminer les matières organiques. Par la suite, les éprouvettes normalisées en mortier préparées avec un liant contenant 75 % de ciment et 25 % cendres de boues calcinées sont fabriquées. Les essais de compression, réalisés sur ces éprouvettes de mortier modifié par ajout de boues de papeterie incinérée montrent que ces derniers présentent une résistance relativement équivalente à un mélange de mortier standard. Néanmoins, l'immersion de tel mortier modifié dans des environnements réactifs montre une perte de résistance en compression de l'aggloméré.

Mots clés : Boue de papeterie, cendres, activité pouzzolanique, mortier, résistance, durabilité

## Abstract:

The recycling of paper mill sludges is increasing rapidly as far as the economical and positive environmental benefits are realised. The aim of the present work was to show if paper mill sludges could be used as a partial replacement of Portland cement in mortar without affecting their durability. Calcined at temperatures between 650°C and 800°C, the pozzolanic activity of ashes from paper mill sludges is improved because of the transformation of kaolinite in metakaolin. The mechanical characteristics of mortar containing 25% of these ashes appear comparable to standard mortar (containing 100% of Portland cement). The nature of the leaching does not affect the mechanical strength of mortars leached during 64 days. However, there is also a loss of compressive strength of mortars.

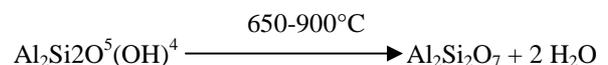
Keywords: Paper mill sludge, ash, pozzolanic activity, mortar, strength, durability

## 1. Introduction

L'industrie du papier produit des quantités considérables de déchets dont la mise en décharge a été le moyen d'élimination le plus simple et le moins onéreux [1]. Ce n'est pourtant que depuis quelques décennies que la production importante des déchets [2] et plus particulièrement des boues de papeterie présentent de plus en plus un réel problème environnemental [3] [4].

La transformation de ces boues de papeterie en pouzzolanes de synthèse, utilisables dans le BTP, peut représenter une solution de valorisation très intéressante à long terme [5]. Généralement, les boues de papeterie sont composées principalement de kaolinite ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$

$2\text{H}_2\text{O}$ ), calcite ( $\text{CaCO}_3$ ), talc ( $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) avec présence de quartz ( $\text{SiO}_2$ ) et de muscovite ( $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Dans sa composition initiale, on peut constater que ces boues présentent des constituants et des matières organiques incompatibles pour une bonne pouzzolane de synthèse. Ainsi, la transformation des boues de papeterie en pouzzolanes utilisables comme matières premières secondaires, dans l'industrie des matériaux de construction consiste à choisir un traitement thermique approprié pour éliminer les matières organiques et transformer la kaolinite en métakaolin [6] :



L'étude complète du cycle thermique nécessaire à l'obtention de ces différentes transformations chimiques a été présentée dans un de nos articles précédents [7].

Dans la bibliographie, des études antérieures ont été amorcées dans l'objectif de valoriser les boues de papeterie dans le mortier de ciment. En effet, CHABANNET [8] a montré que la proportion optimale du métakaolin à utiliser comme substituant au ciment sans nuire à la durabilité du mortier est de 25%. De plus, AMROUZ [9] et PERA [10] ont confirmé ce résultat sur les boues de papeterie tout en indiquant que la préparation du mortier avec 25% des cendres de papeterie ne présentent aucun danger sur sa durabilité.

Suite à ces travaux bibliographiques, cet article se consacre dans un premier temps à l'étude de l'activité pouzzolanique réelle des boues de papeteries ainsi que l'incidence de traitement thermique préalablement subit (conditions d'incinération des boues de papeterie). Dans un second temps, notre étude de valorisation des cendres de boues de papeterie consistera à étudier le comportement mécanique et l'influence des solutions agressives sur le mortier modifié à 25%.

## 2. Matériaux et techniques expérimentales

### 2.1. Matériaux utilisés

*Cendres de papeterie (boues de papeterie calcinées)* : L'échantillon de l'étude « boues de papeterie » est le résidu du traitement des effluents liquides issus des différentes étapes de la fabrication du papier [11] [12]. Ces échantillons ont été prélevés sur une même unité de production et désignés par l'indice B1. Ces boues ont ensuite été incinérées à différentes températures. Le dispositif de calcination utilisé est un four électrique type FERRO où les échantillons sont calcinés en lit fixe, dans des bacs en céramique. La désignation des boues de papeterie est représentée par la lettre B1 suivie de la température d'incinération (exemple B1 700°C).

*Eprouvette de mortier de ciment* : Les essais de compression sur presse de type Perrier, sur des éprouvettes de mortiers séchés, de forme prismatique sont réalisés suivant la norme NF EN 196-1 (AFNOR-Méthodes d'essais des ciments, 1995). Les dimensions des éprouvettes retenues conformément à cette norme sont de 16x4x4 cm<sup>3</sup>.

L'éprouvette de mortier de ciment standard ou mortier de référence, désignée par M100, est constituée de [13] :

- 450g Ciment Portland Artificiel : CPA-CEM I
- 1350g de sable Normalisé,
- 225 ml d'eau déminéralisée. Le taux de gâchage des mortiers est égal à 0,50 pour toutes les éprouvettes fabriquées,

- Glénium 21 (super plastifiant). Un superplastifiant dosé à 0,8 % du poids de liant a été incorporé dans le mortier contenant des boues de papeterie pour obtenir la même consistance que le mortier de référence [14].

La composition ci-dessus correspond aux pondérations en masse du mortier de référence, contenant la quantité maximale de ciment à 100% (désignation M100). La composition de mortier modifiée, avec ajout de cendre de papeterie, est constituée de 75% de ciment et de 25% de cendre, de désignation M75 (quantité en masse 337,5g de ciment et 112,5g de cendre de papeterie).

Ces éprouvettes sont conservées dans une chambre humide pendant 28 et 90 jours à une température d'environ 20°C. A l'âge requis, les éprouvettes sont démoulées pour être soumises à l'essai de compression.

### 2.2. Techniques expérimentales

*Analyse thermique différentielle (ATD)* : Le dispositif d'analyse thermique différentielle (ATD) a été utilisé afin de détecter les changements de phase en présence après les réactions chimiques des composants initiaux d'un échantillon.

*Diffraction des rayons X (DRX)* : La technique de diffraction des rayons X a été utilisée dans le but de déterminer l'état de cristallisation des boues de papeterie et leur état d'amorphisation après traitement thermique [15].

L'appareillage utilisé est un diffractomètre pour poudre SIEMENS D500 couplé à un système informatique.

## 3. Résultats et discussions

### 3.1. Etude de la résistance de mortiers constitués de boues de papeteries calcinées

Dans ce paragraphe de l'étude, on présente nos résultats des caractéristiques mécaniques attendues du mortier standard (fabriqué à partir du ciment séché), et du mortier dans lequel a été ajoutée la cendre de papeterie (boue de papeterie calcinée).

Dans un premier temps, la pouzzolanité, ou propriétés pouzzolaniques des boues de papeterie calcinées doit être démontrée, lors d'une étude de son activité pouzzolanique en présence de chaux.

La chaux, servant à l'activation chimique, est le plus souvent de la portlandite [Ca(OH)<sub>2</sub>], connue également comme l'une des composantes formée lors de l'hydratation du ciment Portland artificiel [16],[17].

Dans un second temps, l'étude de la résistance en compression des mortiers modifiés par l'ajout d'une certaine quantité de cendres de boues de papeterie sera présentée.

*Etude de l'activité pouzzolanique des boues calcinées :*

Dans ce qui suit, nous évaluerons l'activité pouzzolanique des boues calcinées en déterminant la quantité d'hydroxyde de calcium (chaux) consommée au cours du temps dans un mélange équipondéral chaud-boues calcinées hydraté à consistance normale (boues de papeterie calcinées à différentes température). Le mélange de référence est un mélange hydroxyde de calcium-silice hydraté à consistance normale.

Le mélange a lieu dans un malaxeur RILEM type 32 normalisé jusqu'à l'obtention de la consistance normale définie par la norme NFP 15-402.

On mesure ensuite, par analyse thermique différentielle la quantité de chaux résiduelle contenue dans le mélange caractérisée par un pic ATD à 540°C, ceci à différentes échéances. Le pourcentage de la chaux consommée au cours du temps est déterminé en comparant les aires des pics ATD, caractéristiques de la chaux, correspondant à la référence et à l'échantillon.

L'évaluation de l'activité pouzzolanique des boues calcinées pendant 5 heures à 650°C, 700°C, 750°C et 800°C est présentée sur la figure 1 ci-dessous :

Les résultats de la figure 1, montrent une activité pouzzolanique assez importante des cendres calcinées quelque soit le traitement thermique appliqué aux boues de papeterie. En effet, le taux de consommation de chaux observé est au minima égal 22%. On peut également observer que l'activité pouzzolanique est maximale ou meilleure pour des échantillons de cendre calcinée à 700°C, car l'activité pouzzolanique à 7 jours ou 28 jours est supérieure à 70%. Les cendres de boues calcinées à 650°C peuvent aussi être valorisables comme pouzzolane réactive.

Par contre, les cendres obtenues à 800°C présentent une faible activité pouzzolanique. Ceci est confirmé par la formation de la gehlénite ( $2CaO, Al_2O_3, SiO_2$ ) à cette température et mise en évidence lors de l'analyse par diffraction X de cette cendre (cf. figure 2). Cette figure met aussi en évidence la présence de métakaolin (réactif à la chaux) pour des températures d'incinération inférieures.

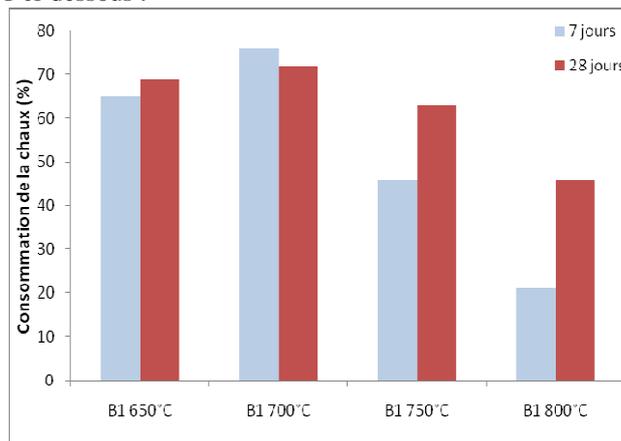


Fig. 1. Activité pouzzolanique de la boue de type B1 calcinée à différentes températures.

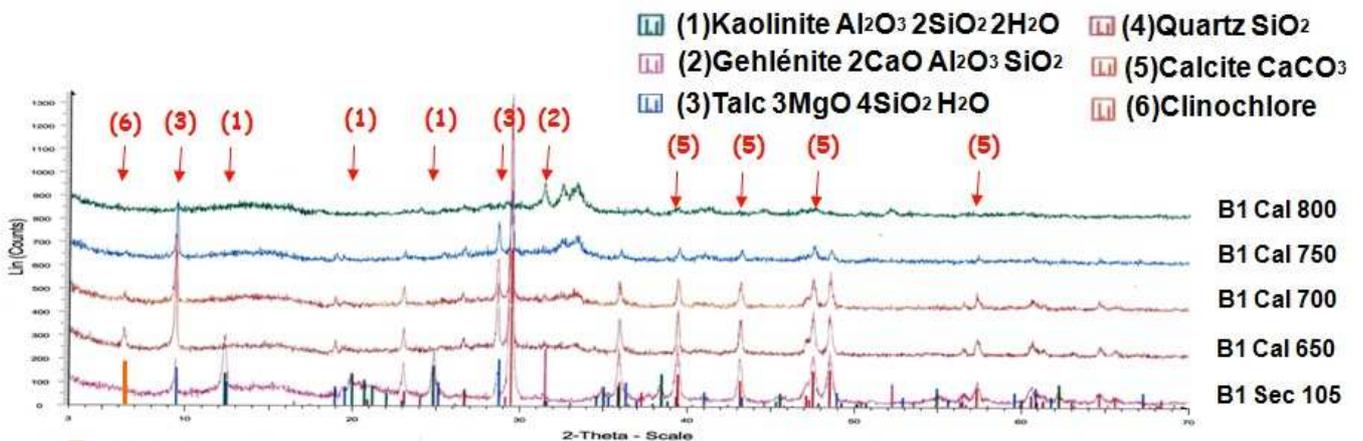
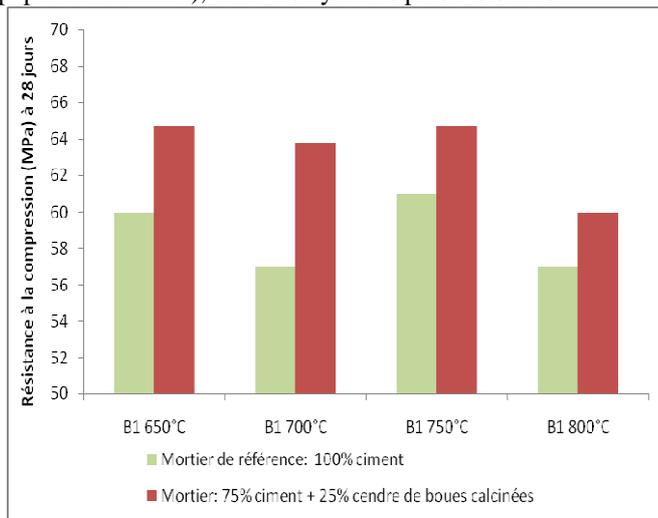


Fig. 2. Spectres de DRX pour la boue B 1 calcinée à différentes températures : comportement des calcites, talc, kolinite, quartz et gehlénite.

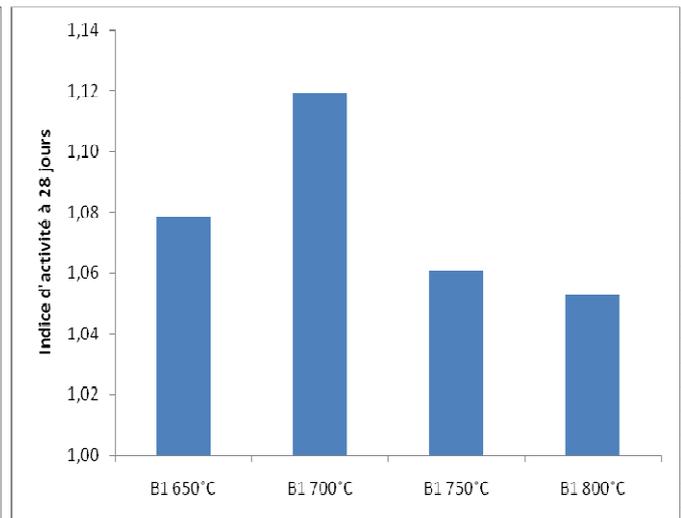
L'importante activité pouzzolanique des boues de papeterie calcinées entre 650°C et 750°C, laisse présager que son utilisation, en remplacement partiel, du ciment Portland dans un mortier de ciment améliorera ses caractéristiques mécaniques, ou du moins équivalera à celui du mortier standard de référence.

En effet, il est connu que la réaction des composés du ciment avec l'eau de gâchage conduit à la formation d'hydratés et de la portlandite (chaux) [13]. Cette portlandite combinée avec un composant, présentant une excellente activité pouzzolanique (comme la boue de papeterie calcinée), crée des hydratés plus résistants.

*Etude de la résistance mécanique de mortiers constitués de boues de papeterie calcinées* : Les résultats expérimentaux présentés dans ce paragraphe sont ceux issus des essais mécaniques de compression sur des éprouvettes normalisées (cf. section 2.1.2), de mortier, préparées avec un liant contenant 75 % de ciment et 25 % de cendres de boues calcinées à 650°C, 700°C, 750°C et 800°C ( de désignation M75). Ces résultats sont comparés avec ceux relatifs aux mortiers de référence contenant 100% de ciment. Les éprouvettes étudiées sont âgées soit de 28 jours ou de 90 jours (Cf. figure 3a et 4a).

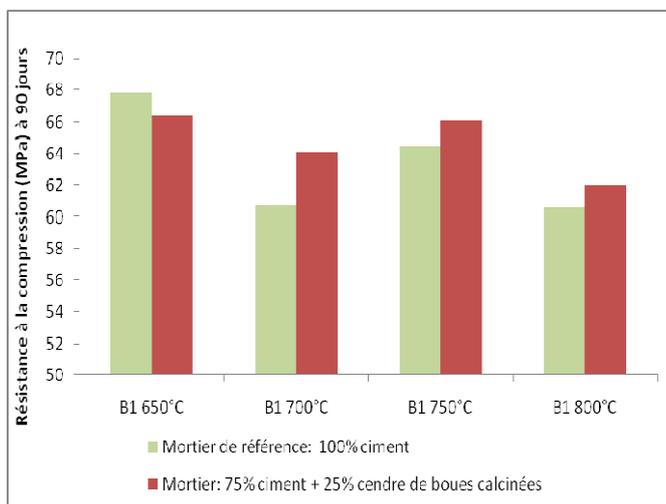


-(a)-

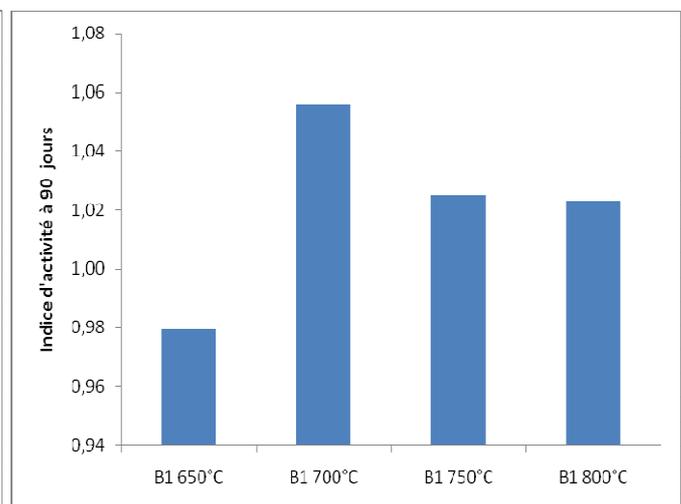


-(b)-

Fig. 3. (a) Résistance à la compression des mortiers à 28 jours, (b) indice d'activité.



-(a)-



-(b)-

Fig.4. Résistance à la compression des mortiers à 90 jours, (b) indice d'activité

Pour une meilleure cohérence de l'étude, les valeurs de la résistance en compression du mortier standard (100% de ciment de désignation M100) sont déterminées aux échéances de temps auxquels les essais ont été effectués sur les différentes classes mortier modifié (désignation M75).

De ces résultats bruts, nous pouvons calculer l'indice d'activité des différents mortiers modifiés par ajout des cendres de boues calcinées à des températures de 650°C, 700°C, 750°C et 800°C (cf. figure 3b et 4b). L'expression de l'indice d'activité, notée « I », utilisée

est celle défini par la norme NF EN 450-octobre 1995 et dont la formulation mathématique est la suivante :

$$I = R / R_{\text{réf}} \quad (1)$$

R : est la résistance en compression d'une éprouvette normalisée de mortier de même âge, préparée avec un liant contenant 75 % de ciment et 25 % de cendres.

$R_{\text{réf}}$  : est la résistance à la compression du mortier avec 100% de ciment de référence.

Les résultats illustrés dans les figures 3a et 4a dégagent deux tendances de comportement. A 28 jours, les mortiers avec ajout de 25% des boues calcinées montrent une légère augmentation de la résistance à la compression par rapport au mortier de référence. A 90 jours, l'amélioration de la résistance du matériau est nettement plus faible. Ceci est probablement dû à un affaiblissement de la structure du mortier au cours de son vieillissement.

La représentation de l'évolution de l'indice d'activité dans les figures 3b et 4b des différents mortiers modifiés (par ajout de 25% des cendres de boues calcinées à 650°C, 700°C, 750°C et 800°C) permet de mieux observer l'incidence des conditions d'incinération sur les mortiers modifiés. En effet, on observe aisément sur les figures 3b et 4b, que les mortiers réalisés à partir des cendres obtenus à 700°C ont des indices d'activité supérieurs. On constate également, que les indices d'activité obtenus ont une valeur moyenne proche de 1,

ainsi, on peut déduire que l'ajout des cendres de boues calcinées en substitution du ciment Portland à hauteur de 25% en masse permet d'avoir un mortier à la résistance en compression similaire aux mortiers de référence.

En conclusion, les résultats des tests d'activité pouzzolanique (figure.1) et d'indice d'activité (figure 3b et 4b.), mettent en évidence que le produit le plus réactif possible est obtenu à partir de la calcination des boues à une température de l'ordre de 700°C.

### 3.2. Etude de la résistance à la compression des mortiers en milieu acido-basique

Dans ce paragraphe, nous présenterons les résultats de l'étude de la résistance résiduelle en compression de mortier, préparé avec un liant contenant 75 % de ciment et 25 % de cendres de boues calcinées à 700°C (B1 700 et mortier M75) et immergé pendant 64 jours dans des solutions réactives de natures différentes :

- Eau déminéralisée ;
- Eau déminéralisée acidifiée avec l'acide acétique à pH égal à 4 ;
- Milieu alcalin artificiel établi à partir de NaOH.

Dans la figure 5, on représentée comparativement, les résistances à la compression résiduelle en fonction de la nature de la solution réactive.

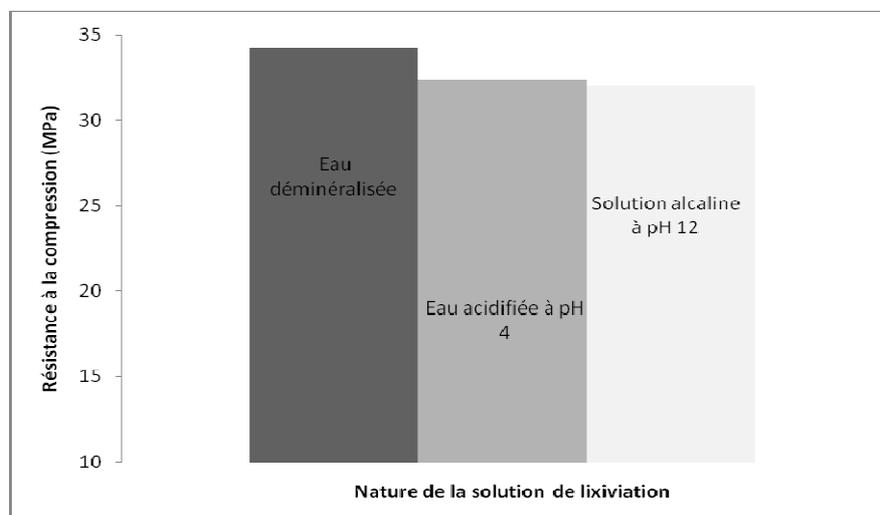


Fig. 5. Influence de la nature du lixiviant sur la résistance mécanique à la compression des mortiers.

Les résultats obtenus de la figure 5 montrent que les résistances mécaniques à la compression des éprouvettes ayant séjournées 64 jours dans des milieux de lixiviation différents sont pratiquement similaires. Ceci dit, la nature du lixiviant ne présente pas d'influence sur la résistance mécanique des éprouvettes lixiviées. Le type de milieu réactif n'influe pas sur la perte de résistance à la compression du matériau final. On constate également

néanmoins une perte de résistance en compression assez importante des mortiers.

## 4. Conclusion

Dans cet article, nous avons présenté une étude expérimentale visant à valoriser l'utilisation des boues de

papeterie comme substituant partiel du ciment Portland dans le BTP.

Dans un premier temps, l'étude s'est bornée à améliorer l'activité pouzzolanique des boues de papeterie à l'état brut. Ceci a été obtenu par un traitement thermique des boues à des températures comprises entre 650°C et 800°C. D'ailleurs les mesures expérimentales de consommation de la chaux par analyse thermique différentielle (ATD), indiquent une consommation de la chaux pouvant atteindre les 75% pour des boues incinérées à une température de 700°C.

Ensuite, nous avons déterminé la résistance à la compression de mortier dont le ciment a été substitué à hauteur de 25% par des boues de papeterie préalablement incinérées sur une plage de température allant de 650°C à 800°C. L'analyse des résultats montre que pour une telle pondération en masse de boues de papeterie dans le mortier, la résistance en compression est quasiment équivalente ou très légèrement supérieure à un mélange de mortier de ciment standard. Ces bons résultats sont néanmoins atténués par la perte de résistance en compression du mortier modifié dans un environnement réactif.

## Références Bibliographiques

- [1] M.R BONI, L. D'APRILE, G. DE CASA. Environmental quality of primary paper sludge. Journal of hazardous materials, Vol. 108, N° 1-2, (2004), pp. 125-128.
- [2] Ministère de l'Economie, de l'Industrie et de l'Emploi, Service des études et des statistiques industrielles (SESSI). L'industrie papetière en chiffres, France, (2008), 20 p.
- [3] Secrétariat d'état chargé de l'eau et de l'environnement, Ministère de l'énergie, des mines, de l'eau et de l'environnement, Maroc. Textes législatives et réglementaires, (2011), 167 p.
- [4] Agence de l'environnement de la maîtrise de l'énergie (ADEME). Industrie papetière française, Gestion et traitement des déchets, (2001), 211 p.
- [5] D.H.MAZOUAK et al, "Cendres volantes issues de l'incinération des déchets solides d'une papeterie" Commune Urbaine de Tetouan, Revue Déchets SCIENCES & TECHNIQUES N°22 (2001), p12-16.
- [6] G. KAKALI, T.PERRAKI, S. TSIVILIS, E. BADOGIANNIS. Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. Applied Clay Science, Vol. 20, N° 1-2, (2001), pp. 73-80.
- [7] D. ELOUAZZANI CHAHIDI, A.BOUAMRANE, K. MANSOURI, C.FOKAM. Valorisation des boues de papeterie dans le BTP : analyses minéralogiques de l'incidence des conditions d'incinération. Journal of Material and Environmental sciences, Vol.4, (2012), pp. 628-635.
- [8] CHABANNET, M. Gel interne de matrices cimentaires sous sollicitation mécanique- Intérêt du métakaolin. Thèse. Lyon: INSA de Lyon, (1994), 314 p.
- [9] AMROUZ, A. Transformation des boues de papeteries en pouzzolanes artificielles. Thèse. Lyon: INSA de Lyon, 1996, 176 p.
- [10] PERA, J., AMBROISE, J., BIERMANN, J. et VOOGT, N. Use of Thermally Converted paper Residue as a Building Material. THIRD CANMET/ACI: Sustainable development of cement and concrete, San Francisco (USA), (16-19 September 2001), pp. 111-123.
- [11] C.J. BEAUCHAMP, M.H.CHAREST, A.GOSSELIN. Examination of environmental quality of raw and composting de-inking paper sludge. Chemosphere, Vol46,(2002), p 887-895.
- [12] M R. BONI, L.D'APRILE, G.DE CASA.Environmental quality of primary paper sludge. Journal of Hazardous Materials, B108, (2004), pp. 125-128.
- [13] DE LARRAD F., « Structures granulaires et formulation des bétons », Collection Etudes et Recherches des Laboratoire des Ponts et Chaussées, OA 34, (2000), 414 p.
- [14] J.BARON,J.P. OLLIVIER. Les bétons: bases et données pour leur formulation. Paris: Edition Eyrolles, (1996), 522 p.
- [15] F.Rouessac, A.Rouessac. Analyse Chimique: Méthodes et Techniques Instrumentales modernes, 3ème Edition Masson, (1997), 372 p.
- [16] P.BARRET, D.MENETRIER, B. COTTIN. Study of silicate-lime solution reaction. Cement and Concrete Research, Vol.7, issue.1, (1977), pp. 61-67.
- [17] J.PERA, J. AMBROISE. Development of supplementary cementitious materials from paper sludge. L'industria italiana del Cemento, N° 758, (2000), pp. 788-797.