

Valorisation de la poudre de verre et des déblais argileux calcinés flash dans un liant alcali-activé

Abdelhadi Bouchikhi^{1,2}, Mouhamadou Amar^{1,2}, Rim Bourich³, Mahfoud Benzerzour^{1, 2}, Walid Maherzi^{1,2}, Nor-Edine Abriak^{1,2}

¹: Univ. Lille, ULR 4515 - LGCgE, Laboratoire de Génie Civil et géo-Environnement, F-59000 Lille, France

²: IMT Lille Douai, F-Code postal Ville, France

³: Ecole Nationale supérieure des Mines de Rabat

RESUME

Ce travail s'intéresse à la valorisation de déchets locaux à savoir des déchets de verre (DV), des cendres volantes (CV) et des déblais calcinés Flash. Afin de réaliser une matrice recomposée alcali-activée, une première étape consiste à optimiser l'activateur formé de NaOH (12, 10, 8 et 6 M) et de DV. Les résultats suggèrent que l'augmentation de la quantité de déchets de verre ainsi que l'augmentation de la molarité de NaOH conduisent à une diminution de l'étalement, et à une amélioration de la résistance en compression sur les mortiers. La deuxième étape est l'optimisation des formulations en NaOH (10 et 12 M avec 30% de DV et 70% de CV) pour substituer davantage les CV par les deux déblais (notés AM et FL) calcinés Flash à hauteur de 25%. Les résultats de lixiviation sont conformes aux seuils actuels pour les matières non dangereuses. De même, les résistances à la compression sont améliorées dans les matrices ternaires (DV, CV et AM/FL), notamment dans les matrices avec 12 M en NaOH.

Mots-clés Étalement, Calcination Flash, Liant alcali-activé, Déblais.

I. INTRODUCTION

Depuis le siècle dernier, la Terre connaît une augmentation nette de la température suite à d'importantes émissions de Gaz à Effet de Serre (GES), ce qui s'explique principalement par les activités humaines exercées dans les différents domaines (énergie, agriculture, transport, industrie, construction, résidentiel...) ("Changement climatique en 10 questions (Le) - La librairie ADEME," n.d.). D'autre part, l'épuisement progressif des ressources naturelles non renouvelables a conduit à la nécessité de s'orienter vers une économie circulaire notamment par la valorisation des déchets en génie civil. Parmi les secteurs émetteurs des GES se trouve l'industrie cimentaire qui représente entre 7 et 9% des émissions globales de GES (Scrivener and Kirkpatrick, 2008). Les ciments sont des matières premières fines et homogènes jouant un rôle majeur dans le domaine de la construction. Quel que soit le type de ciments (Ciment Portland (CP) CEM I, CEM II, CEM III, CEM IV, CEM V ainsi que CEM VI), les principaux composants de base sont le calcaire (qui apporte du carbonate de calcium CaCO_3) et l'argile (qui apporte de la silice Si_2O , de l'alumine Al_2O_3 , et de l'Oxyde Ferrique Fe_2O_3). Ces composants forment après cuisson une farine nommée « clinker ». Ceci nécessite une extraction d'une quantité importante de ressources naturelles (environ 1.7 tonnes de matières premières pour une tonne de ciment produit) ainsi que La clinkérisation se fait à 1450°C (clinker standard), donc un apport d'énergie conséquent qui atteint les 4200 kJ par tonne de ciment (Bouchikhi et al., 2021). Plusieurs travaux se sont focalisés sur le remplacement du ciment par de nouveaux liants tels que les liants alcalis activés (Pacheco-Torgal et al., 2007), les liants géopolymères, ou encore la substitution du ciment en valorisant des sous-produits (laitiers, cendres volantes, mâchefers, ...). Cette étude s'intéresse à une valorisation binaire de déchets dans un liant alcali-activé avec, d'une part, du verre et de l'hydroxyde de soude comme activateur, et d'autre part, des cendres volantes comme source d'aluminosilicates. La sélection des formulations optimisées est basée sur des études mécaniques, microstructurale et environnementale.

II. MATÉRIAUX ET MÉTHODES

A. Matériaux

Les sources d'aluminosilicates utilisés dans cette étude sont les cendres volantes de classe F (classées conformément à la norme AS7M C618) et notées (CV). Le DV provient de la région des Hauts-de-France, le DV est de nature verre sodocalcique, broyé finement ($d_{90}=16\mu\text{m}$) identique à celle utilisé par (Bouchikhi et al., 2021). Le NaOH se présente sous forme de pastilles (pureté 98,8 %), fournies par Ficher Scientific pour la préparation des solutions alcalines à différentes concentrations. Le sable utilisé est sélectionné comme granulats de référence pour les mortiers $4 \times 4 \times 16$ cm conformément à la norme NF EN 196-1. Les deux sous-produits sont des terres excavées issus des déblais de chantiers.

Les Fines (FL) et l'Argile (AM) sont constituées majoritairement de quartz, de calcite et de kaolinite (pour l'AM) dans des proportions distinctes. Les analyses FX montrent la présence de SiO₂ à : 57% (FL), 61% (AM) et d'Al₂O₃ : 13% (FL) et 18% (AM). Avant de procéder à la flash calcination, les matériaux sont séchés, concassés et broyés finement pour atteindre un d₉₀ < 25µm). . Le d₅₀ est inférieur à 8 µm alors que les particules inférieures à 10 µm sont d'environ 80% de l'échantillon. Cette distribution granulaire est recommandée pour une calcination flash.

B. Méthodes

Les compositions chimiques des matériaux sont déterminées par la technique de fluorescence aux rayons X (FX) en utilisant un spectroscope (S4 PIONEER de chez BRUKER) avec une limite de détection de 0.02%. L'analyse de diffraction de rayon (XRD) a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre D8 Focus de Bruker avec une anode en cobalt ($\lambda K\alpha_1 = 1,79 \text{ \AA}$) équipé d'un détecteur Lynx Eye (Bouchikhi et al., 2021). La granulométrie a été réalisée selon la norme NF ISO 13320-1 à l'aide d'un granulomètre Beckam Coulter LS13320XR par voie sèche et le système de dispersion et d'aspiration des particules. Cette analyse permet de donner la distribution granulaire de chaque matériau utilisé. Les échantillons sont restés dans des moules en polystyrène à l'étuve à température de 50 °C pour attendre une durée de cure de 1, 7 et 28 jours. Le test de maniabilité a été réalisé à l'aide de la table à secousse, selon la norme NF EN 1015-3. La norme NF EN 1015-6 donne trois classifications des mortiers suivant le diamètre d'étalement (mortier raide, plastique, fluide). La résistance à la compression est réalisée sur des éprouvettes 4*4*4 cm³ en utilisant la presse Instron de 15 tonnes avec une vitesse de 144 kN/min.

III. OPTIMISATION DE L'ACTIVATEUR (NAOH-VERRE)

La première étape consiste à optimiser l'activateur (NaOH+DV), pour cela, le plan expérimental s'appuie sur deux variables : la variation de DV entre 0 et 30% par rapport aux CV, et la variation de la molarité de NaOH entre 6 M et 12 M. Dans les formulations, les rapports liquide alcaline (NaOH+eau) / liant (CV+DV) et sable / (CV+DV) ont été fixés respectivement à 0,6 et à 3. Les diverses formulations ont été préparées selon le même protocole de malaxage et de moulage avec une cure à 50°C. Le tableau 1 présente les données récapitulatives des formulations. La deuxième étape consiste de substituer d'avantage le CV par les déblais.

TABLEAU 1: Protocole de formulation pour optimiser le verre et le NaOH

Série	Formulation	CV (g)	DV (g)	Sable (g)	Molarité Mol/L	E/L
F0	FA0C0	450	0	1350	12	0,6
	FA0C1	450	0	1350	10	0,6
	FA0C2	450	0	1350	8	0,6
	FA0C3	450	0	1350	6	0,6
F1	FA1C0	405	45	1350	12	0,6
	FA1C1	405	45	1350	10	0,6
	FA1C2	405	45	1350	8	0,6
	FA1C3	405	45	1350	6	0,6
F2	FA2C0	360	90	1350	12	0,6
	FA2C1	360	90	1350	10	0,6
	FA2C2	360	90	1350	8	0,6
	FA2C3	360	90	1350	6	0,6
F3	FA3C0	315	135	1350	12	0,6
	FA3C1	315	135	1350	10	0,6
	FA3C2	315	135	1350	8	0,6
	FA3C3	315	135	1350	6	0,6

IV. RESULTATS ET DISCUSSIONS

A. Étalement et résistance à la compression

Les résultats de la figure 1 montrent que la substitution de CV avec le DV n'a aucun effet. La molarité donne plutôt un effet opposé sur l'étalement. L'étalement des formulations varie globalement entre 151 mm et 245 mm, ce qui correspond à des mortiers plastiques notamment pour les molarités 12M et 10M alors que à 6 M l'étalement plutôt fluide. Les résistances à la compression sont réalisées après 1, 7 et 28 jours de cure. Suivant les résultats présentés dans la figure 2, trois paramètres influencent l'évolution des résultats mécaniques en compression : la durée de cure, la molarité de NaOH et le verre

dans chaque série de formulations. L'optimum est plutôt observé pour le FA0C1 avec des résistances à la compression de 3, 40 et 29 MPa respectivement à 1, 7 et 28 jours. La substitution de CV par le DV à hauteur de 30% conduit à une amélioration des propriétés mécaniques notamment pour les formulations à base de molarité C2 (8M) et C3 (6M). Néanmoins, les formulations à base de C0 et C1 ont les performances en résistance à la compression les plus élevées (entre 25 et 38 MPa).

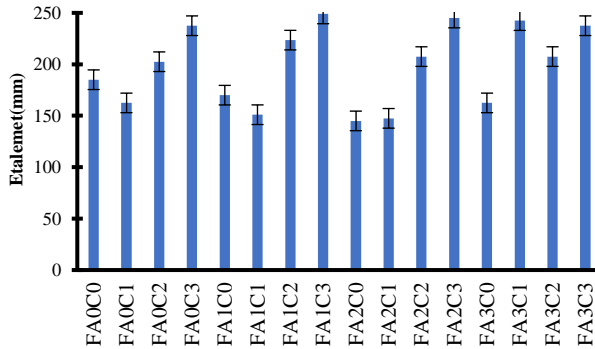


FIGURE 1 : Étalement des formulations à base de CV

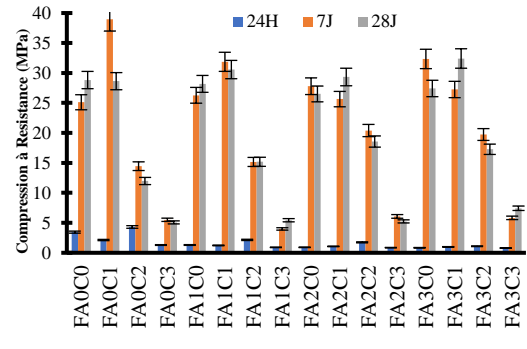


FIGURE 2 : Résistance à la compression des formulations à base de CV

V. INCORPORATION DE DÉBLAIS

A. Optimisation de l'incorporation des déblais

La composition chimique des deux déblais est présentée au tableau 2.

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Autres
Argile (AM)	60.45	18.27	6.63	2.02	0.75	11.88
Fines (FL)	56.87	12.34	4.77	10.33	1.33	100

Deux séries de formulations ont été réalisées à partir de 45% de cendres volantes, 30% de verre et 25% de déblais (argile (AM) et fines (FL)), en fixant le même rapport liquide /solide de 0,6 avec des molarités en NaOH de C0(12M) et C1(10M). Les proportions des différents constituants sont données dans le tableau 3. Les tests de résistance à la compression sont effectués à 7 jours de cure (50°C), puisqu'à partir de 7 jours, l'évolution de la résistance est très faible en fonction du temps.

Tableau 3: Compositions des mélanges

Mélanges alcali-activés		Cendres volantes (g)	Verre (g)	Déblais (g)	Sable (g)	Molarité (g)	E/L (g)
Avec AM	FAAMC0	202,5	135	112,5	1350	12	0,6
	FAAMC1	202,5	135	112,5	1350	10	0,6
Avec FL	FAFLC0	202,5	135	112,5	1350	12	0,6
	FAFLC1	202,5	135	112,5	1350	10	0,6

B. Étalement et résistance à la compression

La figure 3 présente l'étalement des mortiers. L'étalement des deux déblais est presque le même pour la molarité à C0. Par contre, pour la molarité C1, les mortiers FAAMC1 se caractérisent par un étalement de 160 mm contre 150 mm pour les mortiers FAFLC1. L'ajoute des argiles AM et FL n'ont aucun effet sur la maniabilité des mortiers. Cette évolution peut être reliée à la composition chimique et minéralogique des deux argiles.

Les résultats de résistance à la compression donnés en figure 4 mettent en évidence que les propriétés mécaniques s'améliorent au cours du temps pour l'ensemble des formulations. Pour les formulations avec l'AM, les résultats à 1 jour sont très faibles (autour de 2 MPa) alors qu'à 7 et 28 jours ils sont d'environ 25 et 30 MPa. Dans les formulations avec FL, il peut être noté une légère amélioration à 1 jour de cure (autour de 4 MPa), alors que les résultats à 7 jours sont de 23 MPa et 21 MPa respectivement pour les molarités C0 et C1. Une amélioration significative à 28 jours est obtenue avec respectivement 33 MPa pour FAFLC0 et 28 MPa pour FAFLC1. Ces résultats restent corrects par rapport aux constatations pour les formulations optimisées dans la partie 2.2.

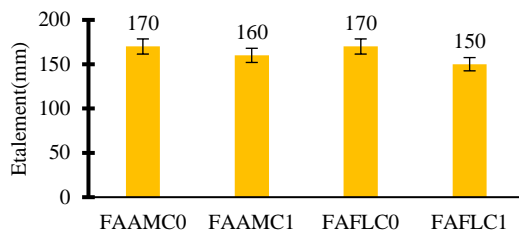


FIGURE 3 : Évolution de l'étalement avec les déblais

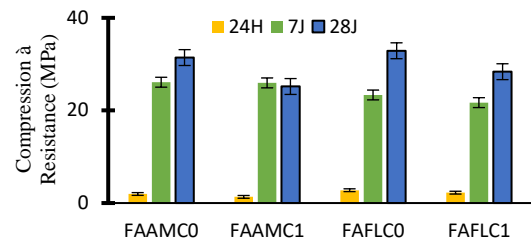


FIGURE 4 : Évolution des propriétés mécaniques en compression pour les formulations avec les déblais

VI. OBSERVATION MEB

La figure 5 présente des observations MEB sur des fractions des formulations FAAMC0 (A et B) et FAFLC0 (C et D). L'utilisation de la solution de NaOH à 12M conduit à la fois à une dissolution des particules de DV (Figure 5-B) ce qui favorise l'apparition des silicates de sodium soluble, mais aussi à des réactions avec les particules aluminosilicates provenant de CV (Figure 5-B) ainsi que des déblais (Figure 5 C et D pour FL et AM respectivement). L'ensemble des réactions conduirait à la formation du gel de stabilisation (N-A-S-H). L'apparition d'aiguilles est liée à la carbonatation d'ions Na^+ libres qui n'ont pas réagi, de particules résiduelles de verre ainsi que de cendres volantes qui n'ont pas réagi sont resté de forme sphérique pour CV (Fig 5-A) ou des particules résiduelles de DV (Fig 5-B).

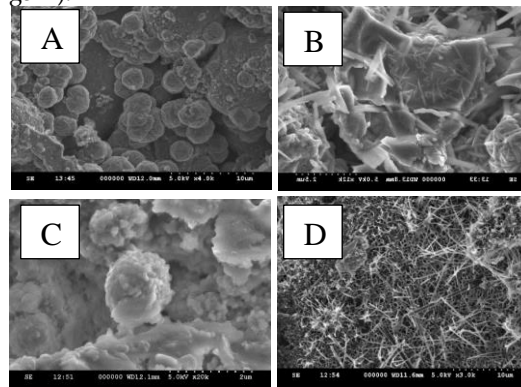


FIGURE 5 : Observations MEB des formulations FAAMC0 et FAFLC0.

VII. CONCLUSION

Cette étude a évalué la possibilité d'utiliser le verre dans la production de liants alcali-activés en combinaison avec des cendres volantes ainsi que des déblais. La méthodologie proposée dans ce travail permet à la fois d'optimiser la molarité en NaOH mais aussi de connaître le rôle de la poudre de verre dans la réaction suivant la durée de cure. Les résultats obtenus à l'état fait mettent en évidence une maniabilité compatible avec de nombreuses applications en génie civil (par exemple la construction de dalles, de poutres, etc.). La résistance à la compression a prouvé qu'une amélioration des propriétés mécaniques a lieu au cours du temps. La molarité a eu une influence linéaire sur la résistance à la compression. L'utilisation de verre jusqu'à 30% par rapport à CV a légèrement diminué les propriétés mécaniques après 24h de cure, tandis qu'après 7 jours de cure, les propriétés mécaniques s'améliorent pour atteindre des résultats comparables à ceux de référence avec 100% cendres volantes.

VIII. BIBLIOGRAPHIE

- Bouchikhi, A., Mamindy-Pajany, Y., Maherzi, W., Albert-Mercier, C., El-Moueden, H., Benzerzour, M., Peys, A., Abriak, N.E., 2021. Use of residual waste glass in an alkali-activated binder – Structural characterization, environmental leaching behavior and comparison of reactivity. *Journal of Building Engineering* 34, 101903. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2020.101903>
- Changement climatique en 10 questions (Le) - La librairie ADEME [WWW Document], n.d. URL <https://librairie.ademe.fr/changement-climatique-et-energie/1410-changement-climatique-en-10-questions-le-9791029710698.html> (accessed 2.19.22).
- Pacheco-Torgal, F., Castro-Gomes, J., building, S.J.-C. and, 2008, undefined, 2007. Alkali-activated binders: A review: Part 1. Historical background, terminology, reaction mechanisms and hydration products. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.10.015>
- Scrivener, K.L., Kirkpatrick, R.J., 2008. Innovation in use and research on cementitious material. *Cement and Concrete Research* 38, 128–136. <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2007.09.025>