

# Influence des paramètres de calcination des boues papetières à l'échelle laboratoire et comparaison avec la calcination à l'échelle pilote

Quentin NESTELHUT<sup>1</sup>, Cécile DILIBERTO<sup>1</sup>, Essia BELHAJ<sup>2</sup>

<sup>1</sup> UNIVERSITÉ DE LORRAINE, CNRS, IJL, F-54000 NANCY, FRANCE

<sup>2</sup> ICUBE, UMR CNRS 7357, INSA DE STRASBOURG, 67084 STRASBOURG, FRANCE

**RESUME** L'utilisation de coproduits industriels dans la production de béton et de liant hydraulique routier est l'un des enjeux majeurs de la transition écologique du BTP. Dans cette optique, l'utilisation de boues de papier calcinées a déjà été prouvée. Cependant, l'étude de la calcination pose un problème d'échelle : il est difficile, en laboratoire, de reproduire les conditions de calcination de l'industrie. Les variations d'échelle résultent principalement de l'utilisation par les professionnels de dispositifs de calcination à grande échelle, tels que ceux utilisant la calcination flash, qui ne peuvent être réduits en taille tout en conservant leurs performances optimales. Pour comparer ces deux approches, des boues de papier calcinées à l'échelle laboratoire, dans un four à moufle, seront donc étudiées, et elles seront comparées à des boues de papier calcinées par un calcinateur assimilable à un calcinateur flash. Pour rapprocher les résultats de ceux obtenus en milieu industriel, les paramètres de calcination (température, durée de calcination, granulométrie du matériau) seront ajustés, tout en veillant à minimiser les altérations indésirables des matériaux calcinés industriellement, telles que la carbonatation ou l'hydratation. Toutes les boues seront caractérisées par ATG couplée DSC, DRX quantitative et qualitative, FRX, mesure de la masse volumique.

**Mots-clefs** Boue de papier, caractérisation, calcination, chaux, paramètres de calcination.

## I. Introduction

En France, la production totale de papier et de carton est de 6,1 millions de tonnes, dont 4,1 millions de tonnes sont produites à partir de pâte à papier recyclée (COPACEL, 2023). Néanmoins, la fabrication de pâte à papier recyclée génère un sous-produit, la boue papetière. Ce sous-produit n'est actuellement pas valorisé de manière durable. Dans le passé, il a été utilisé comme litière ou comme additif agricole, mais ces processus de récupération sont de plus en plus soumis à des réglementations (Usherson, 1992; Jwaida *et al.*, 2024). L'industrie doit donc trouver un nouveau moyen de réutiliser ces boues.

Dans le génie civil, la calcination est un procédé très employé sur les argiles, des matériaux granulaires à fort potentiel pouzzolanique (Perlot and Rougeau, 2007). Au vu de la composition des boues de papier, il y a un attrait grandissant pour la calcination de ce matériau qui pourrait montrer un intérêt écologique (en réutilisant un sous-produit difficilement utilisable autre part),

économique (car ce déchet deviendrait un minéral valorisable dans l'industrie de la construction) et social (en créant du travail à tous les niveaux dans la chaîne de recyclage).

Les boues de papiers non calcinées sont, à cause de leur origine, très riches en composés organiques (Govindan and Kumarasamy, 2024). Comme elles contiennent également de la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) et de la kaolinite ( $\text{Si}_2\text{Al}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ), un grand nombre d'études traitant du potentiel pouzzolanique du matériau calciné, grâce aux metakaolins, ont été réalisées (García *et al.*, 2008; Jang *et al.*, 2018; Vashistha *et al.*, 2019). D'après la littérature, même si ces boues calcinées affichent une certaine variabilité de composition (notamment en silice, en alumine et en chaux), ces matériaux trouvent tout de même leur utilisation dans le génie civil, notamment comme substitut au ciment (Jang *et al.*, 2018; Vashistha *et al.*, 2019). En plus de la chaux vive ( $\text{CaO}$ ) et du métakaolin ( $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ), de la gehlénite ( $2 \text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ), de l'anorthite ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ), de l'anatase ( $\text{TiO}_2$ ), de la calcite, de la portlandite ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), du  $\text{C}_3\text{A}$  et du  $\text{C}_2\text{S}$  comme phases cristallines peuvent être identifiées (García *et al.*, 2008; Jang *et al.*, 2018; Rozmus *et al.*, 2024). Les composants principaux de la boue de papier étant la kaolinite et la calcite, il existe un grand nombre de réactions chimiques amenées par les températures atteintes (entre 600 et 900°C), rendant difficile la prédiction d'un résultat de calcination, car, l'alumine, la silice et la chaux ont tendance à réagir entre elles (Brindley and Nakahira, 1958; Traoré, Kabré and Blanchart, 2003; Ptáček *et al.*, 2013).

La substitution du ciment par des boues de papier calcinées (Ingale and Nemade, 2023) constitue une voie de valorisation particulièrement prometteuse, comme en témoigne le nombre croissant de publications scientifiques sur le sujet. De même, de nombreuses études se sont penchées sur l'application des boues de papier calcinées en tant que liants hydrauliques pour les infrastructures routières (Segui *et al.*, 2013; Baloochi, Aponte and Barra, 2022). La calcination des boues de papier est déjà un processus de recyclage utilisé, en témoigne la norme EN 13282-2 qui encadre l'utilisation de la boue de papier dans les liants hydrauliques routiers.

Pour cette étude, il sera utilisé un calcinateur assimilable à un calcinateur flash, qui est actuellement à l'étape pilote. Pour déterminer les paramètres optimaux pour calciner les boues de papiers sur le pilote, des calcinations en laboratoire ont été réalisées. Le but de ce papier sera donc de faire le lien entre les paramètres utilisés en laboratoire et ceux utilisés réellement sur le pilote.

Le changement d'échelle étant un défi industriel de taille, il convient de commencer par étudier les spécificités de chacune de ces deux échelles. Il a été relevé la difficulté du passage d'échelle entre le laboratoire et l'industrie ('The pathway to process scale-up', 2024), où la relation entre l'échelle du processus et celle du produit n'est pas linéaire. Il est donc complexe de trouver un lien entre les paramètres utilisés en laboratoire et ceux utilisés en pilote, ainsi que la façon dont ceux-ci impactent le minéral.

Afin de répliquer la calcination pilote avec un four statique de laboratoire, il est préférable de définir les différents paramètres pouvant avoir un impact sur le produit calciné et qui peuvent varier entre les deux échelles. Les paramètres suivants ont été identifiés :

- Durée de calcination :  
Quelques secondes pour la calcination flash et entre plusieurs minutes et quelques heures pour la calcination dans un four statique de laboratoire,

- Méthode de calcination :  
Les grains sont en suspension dans l'air pour la calcination flash et dans un creuset pour la calcination dans un four statique de laboratoire,
- Température :  
Entre 600 et 900 °C pour la calcination en laboratoire et aux alentours de 800°C pour la calcination flash,
- Vitesse de chauffe :  
Instantanée pour la calcination flash et montée progressive pour la calcination dans un four statique de laboratoire,
- Granulométrie du matériau :  
Pas de granulométrie spécifique pour les deux méthodes,
- Volume calciné :  
N'a pas d'impact pour la calcination flash mais en a pour la calcination dans un four statique de laboratoire car les grains sont isolants thermiquement.

## Matériaux et méthodes

### A. Matériaux

Les boues utilisées pour cette étude, appelées BP<sup>1</sup> et BP<sup>2</sup> pour calcinées sur pilote et BL pour boue calcinée dans un four à moufle en laboratoire, proviennent de diverses catégories de papier recyclé et ont été fournies par une entreprise papetière. Les boues de papier ont été reçues à l'état humide.

**IMAGE 1. Photographie d'une boue de papier séchée**



40 cm

Avant la calcination dans un four à moufle, les boues de papier ont d'abord été séchées à 105 °C jusqu'à atteindre une masse constante (une variation maximale de  $\pm 1$  ‰ sur une période de 12 heures d'après la norme NF EN 1097-5). La granulométrie du matériau à calciner ayant un impact sur le résultat de la calcination, deux fractions granulométriques ont été étudiées : une fraction 0/1mm obtenue par écrasement dans un mortier jusqu'à obtention d'un refus nul sur le tamis de 1

mm ; et une fraction 0/200 $\mu$ m par broyage dans un broyeur à anneaux Retsch® RS 200 jusqu'à obtention d'un refus nul sur le tamis de 200  $\mu$ m. Toutes les boues calcinées dans un four à moufle ont subi les deux procédés de réduction granulométriques afin d'analyser l'impact de ce paramètre. Juste avant la calcination sur le pilote, les boues sont séchées, broyées puis directement calcinées dans un environnement supposé être parfaitement sec. Ce procédé pilote en continu ne permet pas la mesure de la granulométrie des boues séchées avant calcination.

Une fois calcinées, les boues sont désignées par L (pour laboratoire), P<sup>1</sup> ou P<sup>2</sup> (pour pilote, en fonction de la boue de papier d'origine) suivi des paramètres de calcination entre parenthèses, à savoir la température de calcination et la granulométrie à laquelle est calcinée la boue séchée ; par exemple, L(750,200 $\mu$ m) ou P<sup>2</sup>(850). Un astérisque signifie que le matériau partage les mêmes paramètres de calcination qu'un autre échantillon.

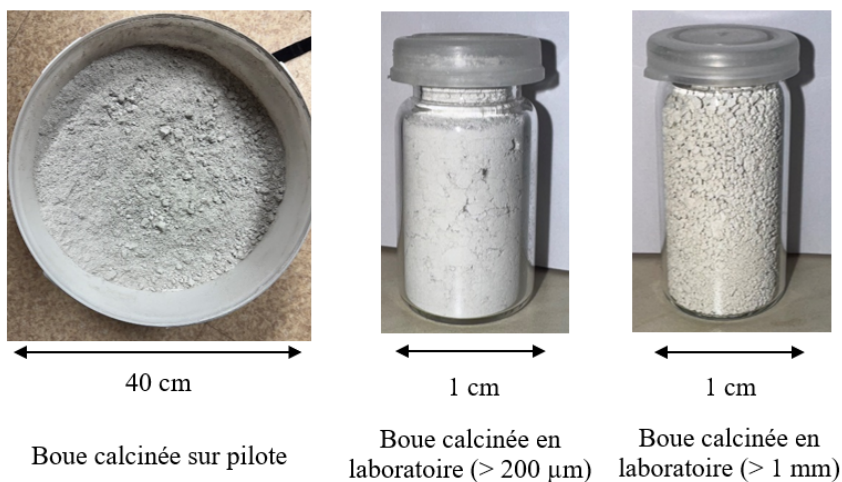
## B. Méthode

### 1. Calcination

La calcination des boues de papier dans un four à moufle a été effectuée à des températures de 750, 850 et 900 °C pendant une heure. Une calcination d'une heure est ce qui se rapproche le plus d'une calcination flash d'après la littérature (Hernández *et al.*, 2023; Jourdan, 2024). La boue de papier est placée dans le four à moufle (Nabertherm® P 330) et est chauffée à une vitesse de 10 °C/min dans un creuset en platine. Une fois la calcination d'une heure terminée, la boue de papier calcinée est placée dans un dessiccateur pour éviter l'hydratation ou la carbonatation pendant le refroidissement.

La calcination des boues de papier par le pilote est très proche d'une calcination flash. Le matériau séché arrive dans un réacteur de calcination dont la température est ajustable entre 700 et 950 °C. Le temps de séjour de la boue dans le calcinateur est difficilement mesurable avec précision mais est compris entre une et dix secondes. Le pilote est situé en extérieur et est donc affecté par les conditions météorologiques.

**IMAGE 2. Photographies des boues de papier calciné**



## 2. Essais de caractérisation

Toutes les expériences ont été menées sur des boues de papier séchées avant toute réduction de la taille des particules. Les différentes méthodes de caractérisations physico-chimiques ont été réalisées sur les boues, avant et après calcination.

L'analyse par fluorescence X (FRX) a été réalisée sur un spectromètre de fluorescence X Bruker® X S8 TIGER pour déterminer la composition chimique. L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre à rayons X Bruker® D8 ADVANCE. Les diffractogrammes obtenus ont ensuite été analysés à l'aide de DIFFRAC.EVA®, et les données obtenues ont été quantifiées à l'aide de DIFFRAC.TOPAS®. En outre, l'analyse thermogravimétrique (TGA) associée à la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) ont été réalisées dans un creuset en platine, sous atmosphère azote et à une montée de 10 °C/min (NETZSCH® STA 449 F5 Jupiter). Enfin, la densité a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à hélium Micromeritics® AccuPyc II 1340.

## Résultats et discussions

Les compositions chimiques des différentes boues séchées et calcinées étudiées, obtenues par FRX, sont données dans le tableau 1.

**TABLEAU 1. Analyse chimique par FRX (en %)**

Échantillon	LOI	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
BP <sup>1</sup>	57	37	3	2	1	0,3	0,1	0,1	0	0,5	0,1
BP <sup>2</sup>	59	33	5	3	0,9	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
BL	58	36	3	2	1	0,2	0,1	0,2	0	0,1	0
L(750,200µm)	25	65	5	3	2	0	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
L(750,1mm)	37	54	4	2	1	0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1
L(850,1mm)	2	85	7	4	2	0	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
L(900,200µm)	0,5	82	9	4	2	1	0,2	0,3	0,2	0,3	0,2
L(900,1mm)	5	81	7	4	2	0	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
P <sup>2</sup> (760)	34	55	5	3	2	0,4	0,1	0,2	0,1	0,2	0,1
P <sup>1</sup> (850)*	25	65	6	3	1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,8	0,1
P <sup>1</sup> (850)	14	72	8	4	2	0,4	0,1	0,1	0,1	0,3	0,2
P <sup>1</sup> (940)*	14	65	6	3	1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,8	0,1
P <sup>1</sup> (940)	17	68	8	4	1	0,2	0,1	0,1	0	0,1	0,1

La boue et les cendres sont majoritairement composées d'oxyde de calcium et présentent de faibles teneurs en silice et en alumine.

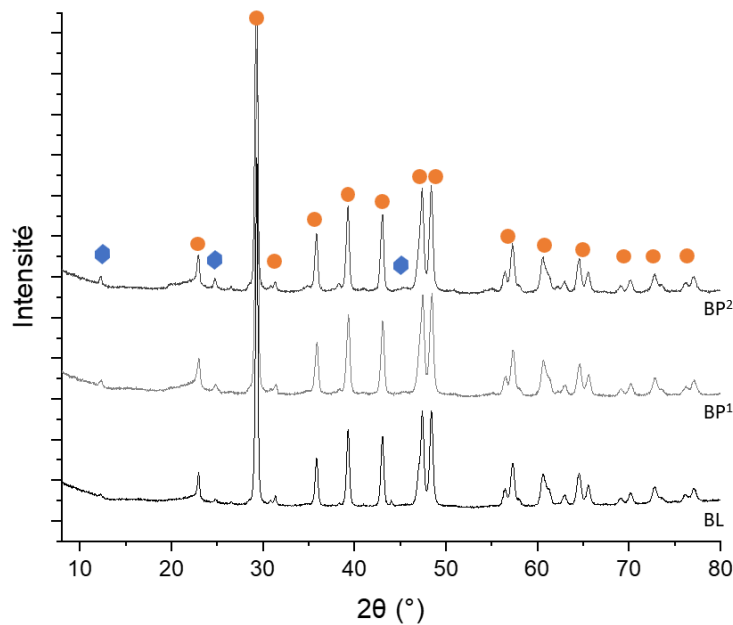
Des pertes au feu plus importantes à des températures équivalentes sont à noter pour les boues calcinées sur pilote, comparées aux boues calcinées dans un four à moufle. De même, il semble que

la perte au feu minimale soit d'environ 15% pour les boues calcinées en pilote. La seule perte au feu des boues calcinées sur pilote sortant du lot, P<sup>2</sup>(760), est comparable aux résultats obtenus par calcination dans un four à moufle à une température équivalente et un passant à 1 mm.

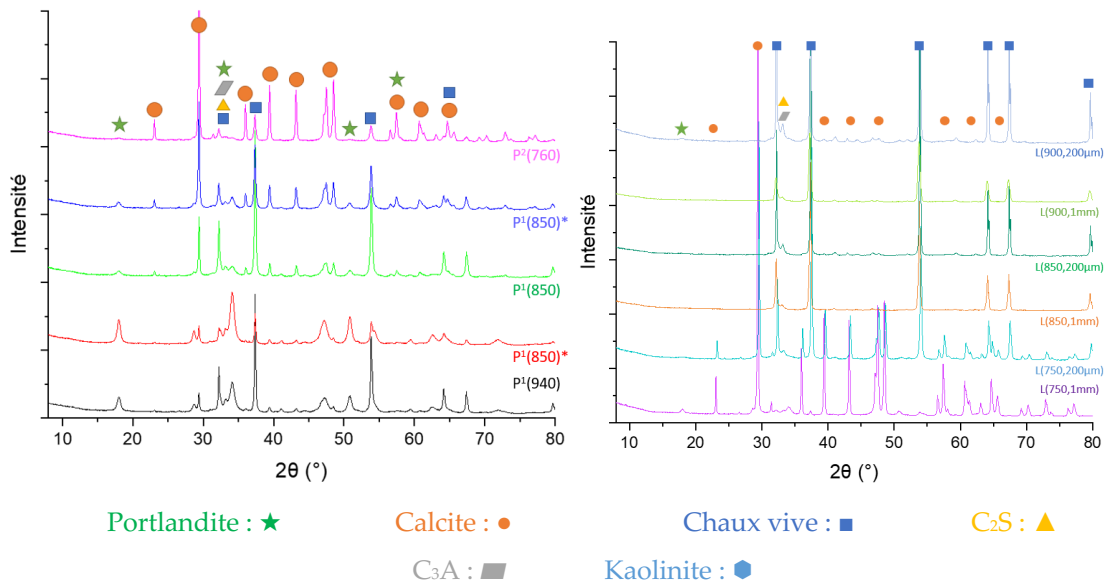
A l'inverse, la perte au feu des boues calcinées dans un four à moufle est très dépendante de la température de calcination, puisqu'au-delà de 800°C, elle est quasiment nulle. Les boues calcinées dans un four à moufle présentent également des pertes au feu moins élevées à températures équivalentes lorsque celle-ci ont une granulométrie inférieure à 200 µm.

En comparaison des teneurs indiquées dans la littérature (Pera and Amrouz, 1998; Frías *et al.*, 2011; Bouamrane *et al.*, 2014), les boues calcinées ici sont plus pauvres en SiO<sub>2</sub> et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Les diffractogrammes des boues séchées sont présentés sur la figure 1, de même, ceux des boues calcinées sont présentés figure 2 et les quantifications associées à ces diffractogrammes sont présentées dans le tableau 2.



**FIGURE 1.** Diffractogrammes des boues séchées



**FIGURE 2.** Diffractogrammes des boues calcinées (à gauche sur pilote et à droite en laboratoire)

Sur les résultats de DRX, la ligne de base n'est pas parfaitement plate, indiquant la présence éventuelle de phase amorphe, qui ne sera pas traitée ici. Cela impacte donc les résultats de la quantification, qui ne seront présentés qu'en pourcentage de phases cristallisées.

Les boues séchées contiennent en grande majorité comme phase cristallisée de la calcite, mais de la kaolinite est tout de même présente. Les résultats de FRX et les proportions en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et  $\text{SiO}_2$  montrent que les teneurs en kaolin sont inférieures à celles observées dans la littérature (García *et al.*, 2008; Jang *et al.*, 2018). De la gehlénite est identifiable grâce à la méthode de quantification, mais les pics associés sont difficilement visibles sur les diffractogrammes.

Les cendres calcinées contiennent de la chaux vive  $\text{CaO}$ , de la portlandite  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , de l'aluminate tricalcique  $\text{C}_3\text{A}$  et du silicate dicalcique  $\text{C}_2\text{S}$ , comme indiqué dans la littérature (García *et al.*, 2008; Jang *et al.*, 2018; Rozmus *et al.*, 2024). De la calcite est visible pour les boues calcinées aux températures les plus basses dans un four à moufle et pour toutes les boues calcinées sur pilote.

Les boues calcinées dans un four à moufle montrent des teneurs croissantes en chaux vive et décroissantes en calcite en fonction de la température. Les teneurs en portlandite, elles, restent quasiment constantes. Il apparaît également que les boues calcinées à partir de boue séchée avec un passant à  $200\ \mu\text{m}$  montrent une quantité de chaux issue de la décarbonatation de la calcite plus importante que celle des boues calcinées aux mêmes températures mais n'ayant pas subi cette réduction granulométrique. Ces mêmes boues présentent également des teneurs en  $\text{C}_3\text{A}$  et en  $\text{C}_2\text{S}$  bien plus importantes que celles des boues simplement broyées à un passant à  $1\ \text{mm}$ .

Les boues calcinées sur pilote présentent également une teneur décroissante en calcite et une teneur croissante en portlandite en fonction de la température, mais les teneurs en chaux ne semblent pas corrélées à un paramètre en particulier. Il est également à noter que le diffractogramme de l'échantillon  $\text{P}1(940)^*$  montre des pics de portlandite bien plus importants que pour les autres échantillons calcinés sur pilote.

**TABLEAU 2. Résultats des DRX quantitatives (en %, en notation cimentaire)**

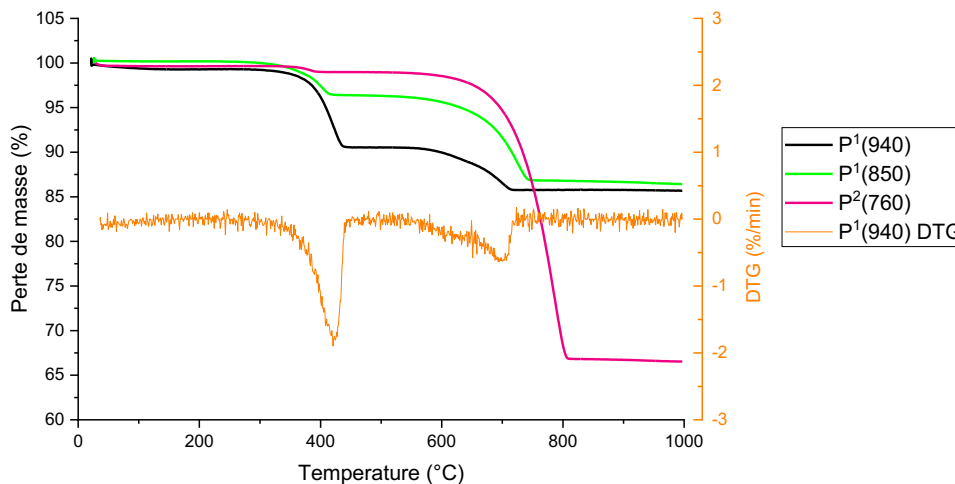
Échantillon	$C$	$C\bar{C}$	$CH$	$C_2S$	$C_3A$	$C_2AS$
L(750,200 $\mu$ m)	36	47	5	10	1	0
L(750,1mm)	1	80	9	9	0	0
L(850,200 $\mu$ m)	77	0	1	15	5	2
L(850,1mm)	84	0	1	14	1	1
L(900,200 $\mu$ m)	77	0	1	15	6	1
L(900,1mm)	83	0	1	14	2	1
P <sup>2</sup> (760)	8	76	5	8	1	3
P <sup>1</sup> (850)*	23	49	16	7	2	4
P <sup>1</sup> (850)	41	23	20	10	3	4
P <sup>1</sup> (940)*	8	7	69	13	3	0
P <sup>1</sup> (940)	29	8	47	11	3	1

De même, les boues calcinées dans un four à moufle présentent des teneurs en portlandite très faibles comparées à leurs homologues calcinées sur pilote. En contrepartie, les boues calcinées dans un four à moufle ont donc une teneur en chaux vive bien plus élevée.

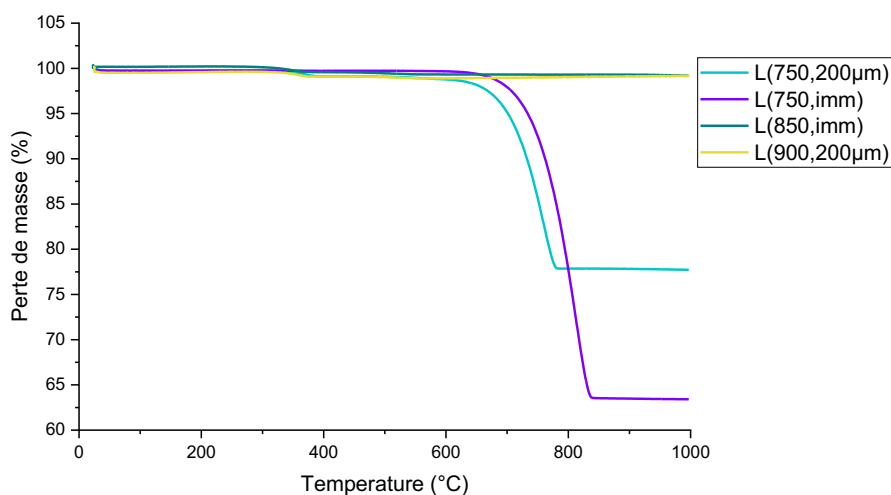
Les boues calcinées dans un four à moufle présentent des teneurs en  $C_2S$  et  $C_3A$  plus élevées que les boues calcinées sur pilote à température équivalente, qui elles, à l'inverse, présentent des teneurs en gehlénite plus importantes. Il semblerait que ces écarts entre la formation de  $C_2S/C_3A$  soient liés à une différence de cinétique thermodynamique entre les deux moyens de calcination (Ptáček *et al.*, 2013).

Les boues calcinées sur le pilote semblent avoir subi de moins bonnes conditions de stockage que celles calcinées dans un four à moufle, expliquant la présence de portlandite à toutes les températures dans les boues calcinées sur pilote. La présence de portlandite dans ces boues calcinées sur pilote est sans doute le fait d'un stockage pas assez rapide, résultant en l'hydratation de la chaux vive après la calcination lorsque la poudre attend d'être stockée. En partant de ce constat, il n'est pas possible de juger si la présence de calcite sur les boues calcinées sur pilote est due à une décarbonatation incomplète ou à une re-carbonatation.

Les analyses thermogravimétriques et thermo-différentielles sont présentées en figure 3 et 4. Les résultats sous formes numériques sont disponibles dans le tableau 3.



**FIGURE 3.** ATG des boues calcinées sur pilote



**FIGURE 4.** ATG des boues calcinées dans un four à moufle

Conformément aux résultats obtenus lors de la perte au feu et de la quantification par DRX, les résultats des ATG montrent deux pertes de masses distinctes : entre 300 et 500°C liée à la déshydroxylation de la portlandite et entre 600 et 800°C pour la décarbonatation de la calcite. Aussi, les pertes de masses totales sont similaires aux pertes au feu. Les différences entre les deux méthodes de calcination, à savoir les teneurs en portlandite et calcite, identifiées lors de l'analyse des DRX, sont également visibles sur ces résultats.

**TABLEAU 3.** Résultats des ATG des boues calcinées sur pilote et dans un four à moufle sous forme numérique

Échantillon	$CH$ (% masse)	$C\bar{C}$ (% masse)	Perte de masse totale (%)
L(750,200 $\mu$ m)	2	48	22
L(750,1mm)	0	82	37
L(850,1mm)	1	0	1
L(900,200 $\mu$ m)	1	0	1
P <sup>2</sup> (760)	2	73	33
P <sup>1</sup> (850)	12	21	14
P <sup>1</sup> (940)	34	10	14

Comme la masse volumique des différents constituants est connue (donnée dans le tableau 4), ainsi que leur proportion dans les minéraux étudiés grâce à la DRX quantitative, la masse volumique théorique peut être calculée pour chaque échantillon puis comparée à celle mesurée disponible en tableau 5.

**TABLEAU 4.** Masse volumique de références des constituants des boues de papiers calcinées

Oxydes	Calcite	Portlandite	Chaux vive	C <sub>3</sub> A	C <sub>2</sub> S	Gehlénite
Masse volumique [g/cm <sup>3</sup> ]	2,71	2,24	3,34	3,07	2,9	2,98

**TABLEAU 5** Comparaison des masses volumiques calculées et mesurées

Échantillon	Masse volumique mesurée [g/cm <sup>3</sup> ]	Masse volumique calculée [g/cm <sup>3</sup> ]
L(750,200µm)	2,93	2,94
L(750,1mm)	2,73	2,69
L(850,200µm)	3,18	3,19
L(850,1mm)	3,18	3,24
L(900,200µm)	3,26	3,22
L(900,1mm)	3,25	3,26
P2(760)	2,74	2,68
P1(850)*	2,78	2,7
P1(850)	2,81	2,79
P1(940)*	2,53	2,47
P1(940)	2,64	2,67

Les masses volumiques réelles des boues calcinées sur pilotes sont pour la majorité comprises entre 2,6 et 2,8 g/cm<sup>3</sup>. Cela traduit leurs teneurs élevées en calcite et en portlandite. En comparaison, les boues calcinées dans un four à moufle présentent des masses volumiques bien plus élevées à des températures équivalentes, grâce à la chaux vive, qui est présente en majorité dans les boues calcinées au-delà de 750°C. Les écarts entre la masse volumique calculée et réelle est plus importante lorsque celle-ci est faible. Cela provient probablement de la portlandite, qui diminue la masse volumique du matériau, et de la forme de ses pics de DRX. Si des pics sont larges en DRX, cela signifie que les cristallites de la phase associée sont petites, et donc que la phase est mal cristallisée. Cela résulte en une difficulté plus importante de quantifier avec précision les proportions des phases.

### Conclusion

L'étude présentée ici compare les calcinations des boues de papier à l'échelle laboratoire et à l'échelle pilote. Dans le but d'identifier les paramètres optimaux, cette étude a montré à quel point l'hydratation involontaire de la chaux vive ainsi que la carbonatation de la portlandite, autrement dit l'évolutivité de la poudre, est un critère très important pour l'échelle pilote, mais aussi industrielle. Il est bien plus facile de faire attention aux conditions de stockage et d'acquisition du matériau en laboratoire car les flux sont bien moins importants.

Il semble qu'en laboratoire, il n'y ait que peu de différence entre une calcination à 850 et 900 °C, qui semblent tous deux être des paramètres de températures de calcination permettant la

décarbonatation totale de la calcite. Il semble également que la calcination sur des boues broyées à 200 µm soit plus efficace que celle sur les boues broyées à 1 mm. Cependant, à 760 °C et sur pilote, les résultats se rapprochent de la boue broyée à 1 mm. Cette étude a ainsi permis d'optimiser la calcination sur ledit pilote, en s'approchant des paramètres de calcination optimaux pour nos matériaux.

Il semble tout de même que la calcination sur pilote présente certains avantages dont il serait intéressant de prendre en compte. Notamment, la calcination rapide de la boue de papier engendre la formation de C<sub>2</sub>S et de C<sub>3</sub>A en plus faible quantité par rapport à la calcination dans un four à moufle. Ces différences en composition chimique soulignent les différences de cinétiques thermiques entre ces deux moyens de calcination.

### Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier les autres acteurs du projet, dans lequel s'inscrit ce papier. Ce projet a été financé par l'État dans le cadre de l'appel à projets France 2030.

Appel à Projets : Solutions innovantes pour l'amélioration de la recyclabilité, le recyclage et la réincorporation des matériaux.

## REFERENCES

- Baloochi, H., Aponte, D. and Barra, M. (2022) 'Waste paper ash as a hydraulic road binder: Hydration, mechanical and leaching considerations', *Journal of Environmental Management*, 314, p. 115042. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.115042>.
- Bouamrane, A., ELouazzani, D.C., Barna, L.T. and Mansouri, K. (2014) 'Valorisation des boues de papeterie comme matières premières secondaires dans les mortiers de ciment Portland : incidence des conditions d'incinération sur la résistance mécanique des mortiers (Valorization of paper mill sludge as a partial replacement of Portland cement in mortar: the impact of incineration conditions on the strength of mortars)', *Journal of Materials and Environmental Science*, 5(2), pp. 605–614.
- Brindley, G.W. and Nakahira, M. (1958) 'A New Concept of the Transformation Sequence of Kaolinite to Mullite', *Nature*, 181(4619), pp. 1333–1334. Available at: <https://doi.org/10.1038/1811333a0>.
- COPACEL (2023) *Rapports statistiques de l'industrie papetière française*. Rapport statistique 2023. Copacel. Available at: <https://www.copacel.fr/rapports-statistiques-annuels/> (Accessed: 6 November 2024).
- Frías, M., Vegas, I., Villa, R.V. de la, Giménez, R.G., Frías, M., Vegas, I., Villa, R.V. de la and Giménez, R.G. (2011) 'Recycling of Waste Paper Sludge in Cements: Characterization and Behavior of New Eco-Efficient Matrices', in *Integrated Waste Management - Volume II*. IntechOpen. Available at: <https://doi.org/10.5772/20850>.
- García, R., Vigil de la Villa, R., Vegas, I., Frías, M. and Sánchez de Rojas, M.I. (2008) 'The pozzolanic properties of paper sludge waste', *Construction and Building Materials*, 22(7), pp. 1484–1490. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.03.033>.
- Govindan, B. and Kumarasamy, V. (2024) 'Sustainable valorization through the reuse of incinerated paper mill sludge ash in building brick production', *Construction and Building Materials*, 439, p. 137291. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.137291>.
- Hernández, J.F.M., Antoni, M., Oquendo-Machado, Y., Borrajo-Perez, R., Alujas-Diaz, A. and Almenares-Reyes, R. (2023) 'Impact of calcination technology on properties of calcined clays', *RILEM Technical Letters*, 8, pp. 190–197. Available at: <https://doi.org/10.21809/rilemtechlett.2023.194>.
- Ingale, S.D. and Nemade, P.D. (2023) 'Effect of paper sludge ash on properties of cement concrete: A review', *Materials Today: Proceedings* [Preprint]. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.03.492>.
- Jang, H., Lim, Y.-T., Kang, J.-H., So, S. and So, H. (2018) 'Influence of calcination and cooling conditions on pozzolanic reactivity of paper mill sludge', *Construction and Building Materials*, 166, pp. 257–270. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.119>.
- Jourdan, J. (2024) *Rôle de l'aluminium dans la réactivité pouzzolannique des métakaolins, replacé dans le contexte général de la pouzzolanicité pour des ciments à bas taux de CO<sub>2</sub>*. phdthesis. Sorbonne Université. Available at: <https://theses.hal.science/tel-04786555> (Accessed: 7 January 2025).

- Jwaida, Z., Dulaimi, A., Alyhya, W., Algretawee, H. and Al-Busaltan, S. (2024) 'Recycling and utilization of paper sludge ash -current status review and future perspectives', *Sustainable Materials and Technologies*, 40, p. e00960. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.susmat.2024.e00960>.
- Pera, J. and Amrouz, A. (1998) 'Development of Highly Reactive Metakaolin from Paper Sludge', *Advanced Cement Based Materials*, 7(2), pp. 49–56. Available at: [https://doi.org/10.1016/S1065-7355\(97\)00016-3](https://doi.org/10.1016/S1065-7355(97)00016-3).
- Perlot, C. and Rougeau, P. (2007) 'Intérêt des métakaolins dans les bétons', *Monographie du Centre d'Études et de Recherches de l'Industrie du Béton* [Preprint].
- Ptáček, P., Opravil, T., Šoukal, F., Havlica, J. and Holešínský, R. (2013) 'Kinetics and mechanism of formation of gehlenite, Al–Si spinel and anorthite from the mixture of kaolinite and calcite', *Solid State Sciences*, 26, pp. 53–58. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2013.09.014>.
- Rozmus, D., Sobol, K., Petrovska, N. and Hidei, V. (2024) 'Research on the structure formation processes in the system «blast furnace slag - wastepaper sludge ash»', *Scientific Journal 'Theory and Building Practice'*, p. 80.
- Segui, P., Aubert, J.-E., Husson, B. and Measson, M. (2013) 'Valorization of Wastepaper Sludge Ash as Main Component of Hydraulic Road Binder', *Waste and Biomass Valorization*, 4(2), p. 297. Available at: <https://doi.org/10.1007/s12649-012-9155-1>.
- 'The pathway to process scale-up' (2024) *Nature Chemical Engineering*, 1(6), pp. 387–388. Available at: <https://doi.org/10.1038/s44286-024-00086-6>.
- Traoré, K., Kabré, T.S. and Blanchart, P. (2003) 'Gehlenite and anorthite crystallisation from kaolinite and calcite mix', *Ceramics International*, 29(4), pp. 377–383. Available at: [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(02\)00148-7](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(02)00148-7).
- Usherson, J. (1992) 'Recycled paper and sludge', *Ressource Recycling*, Mars 1992, pp. 95–100.
- Vashistha, P., Kumar, V., Singh, S.K., Dutt, D., Tomar, G. and Yadav, P. (2019) 'Valorization of paper mill lime sludge via application in building construction materials: A review', *Construction and Building Materials*, 211, pp. 371–382. Available at: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.03.085>.