

# Comparaison de méthodes d'activation thermique de gypse recyclé

Damien Gaudrel<sup>1</sup>, Annabelle Phelipot-Mardele<sup>1</sup>, Christophe Lanos<sup>1</sup>, Marie Glorennec<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Université de Rennes, Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique – EA 3913, 3 rue du Clos Courtel, 35704 Rennes, [christophe.lanos@univ-rennes1.fr](mailto:christophe.lanos@univ-rennes1.fr)

<sup>2</sup> VEOLIA, 8 allée Adolphe Bobierre, 35709 Rennes, [marie.glorennec@veolia.com](mailto:marie.glorennec@veolia.com)

**RESUME** Le recyclage et la valorisation des déchets du BTP constituent aujourd'hui des enjeux environnementaux majeurs. Le gypse, très largement utilisé dans le bâtiment, génère environ 400 000 tonnes de déchets par an en France. L'activation thermique du gypse naturel ou de synthèse est bien connue et maîtrisée, notamment pour la production de plâtre ou d'anhydrite. Cette étude s'intéresse à la comparaison de deux méthodes d'activation thermique - la calcination flash et l'étuvage ventilé – afin de valoriser un gypse provenant d'une installation de recyclage. Des analyses ATG et DRX ont été réalisées sur le gypse recyclé ainsi que sur les produits déshydratés par ces deux méthodes de calcination. Ces derniers ont été formulés afin d'atteindre des propriétés courantes de mises en œuvre, puis caractérisés mécaniquement. Les résultats montrent des réactivités différentes selon la calcination utilisée, impliquant une différence sensible des propriétés mécaniques des liants résultants.

**Mots-clés** : gypse, plâtre, recyclage, valorisation, calcination

## I. INTRODUCTION

Le recyclage et la valorisation des déchets du BTP sont aujourd'hui des enjeux environnementaux majeurs. Le secteur Bâtiment génère, selon l'ADEME, 42,2 Mt de déchets par an (2017) dont environ 400 kt de gypse. En 2018, 93 kt ont pu être recyclées, loin de l'objectif fixé en 2016 par l'ECV (Engagement pour la Croissance Verte), de recycler 250 kt en 2020. Par ailleurs, les coûts d'enfouissement ne cessent d'augmenter à cause de la saturation des sites et de l'augmentation de la taxe générale sur les activités polluantes. Dans ce contexte, afin de valoriser ce flux, la présente étude se propose de comparer deux méthodes d'activation thermique de gypse recyclé en hémihydrate en s'intéressant aux propriétés des liants hémihydratés qu'elles génèrent.

## II. MATERIAUX ET METHODES

### A. Gypse recyclé et plâtre commercial témoin

Le gypse recyclé utilisé dans cette étude provient d'une usine de recyclage de gypse. Référencé GR BRUT, ce dernier est issu du traitement de la collecte multi-sourcée (plaques et carreaux de plâtre) de déchets de chantiers et de déchetteries. Initialement d'une granulométrie de 5/20 mm, un broyage suivi d'un tamisage à 500  $\mu\text{m}$  a été réalisé afin de préparer le matériau aux activations thermiques. Un plâtre commercial (Placoplâtre© Molda 3N), référencé MOLDA, a été utilisé pour cette étude lors des formulations et à des fins comparatives avec les produits de cuissons.

## B. Méthodes et protocoles

### 1. Calcination flash (FF)

L'activation thermique par calcination flash est une méthode connue et utilisée industriellement pour la production d'hémi-hydrate et/ou d'anhydrite. Déjà étudiée pour l'activation du gypse en anhydrite II (Tanaka et al. 1983) et en hémi-hydrate/anhydrite III (Aranda 2012). Les produits générés par cette calcination peuvent être très réactifs. Ce type de cuisson est également caractérisé par un temps de séjour court des particules dans le calcinateur (< 2 s). Dans notre étude, cette calcination flash a été réalisée à l'aide d'un four flash prototype développé par le laboratoire permettant des cuissons flash comprises entre 150 et 900°C sur produits pulvérulents secs (< 500 µm). Le fonctionnement général est schématisé sur la Figure 1. Après une campagne d'essais préliminaires ayant permis de cibler la température permettant le passage à l'hémi-hydrate (Gaudrel et al. 2019), la température de consigne de 220°C a été appliquée en T4 (cf. Fig. 1). En tête de colonne de calcination (T1) la température moyenne relevée est de 240°C. Le produit résultant de ce mode d'activation thermique est référencé GR FF 220.

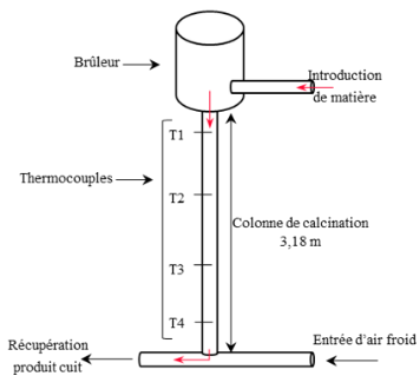


FIGURE 1. Schéma de principe du four flash.

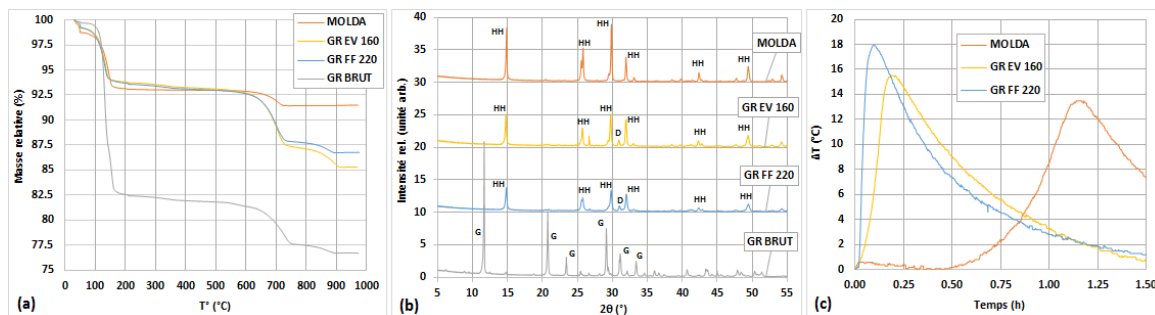
### 2. Etuvage ventilé (EV)

La deuxième méthode d'activation thermique employée est l'étuvage ventilé, à l'aide d'une étuve ventilée Froilabo AC60. La température appliquée au sein de l'étuve ventilée est de 160°C. 2 kg de gypse recyclé (< 500 µm) sont placés dans deux plateaux inox pendant 2 h 30. Afin d'homogénéiser la déshydratation du gypse, un mélangeage manuel est réalisé toutes les 35 minutes, soit trois fois au cours du processus de déshydratation. Le produit résultant de ce mode d'activation thermique est référencé GR EV 160.

### 3. Caractérisations du gypse et des produits de cuisson

Le gypse recyclé ainsi que les produits de cuisson ont été caractérisés par diffraction aux rayons X et analyse thermogravimétrique. La diffraction aux rayons X est réalisée sur un diffractomètre  $\theta$ - $\theta$  PANalytical X'PERT PRO MPD à anticathode de Cu (45kV-40mA) filtré par du Ni ( $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ) entre 5° et 75° en 2 $\theta$ . L'analyse thermique est effectuée à l'aide d'une ATG-TD «Pyris Diamond» de Perkin Elmer, sous Azote entre 25 et 950°C avec une rampe de chauffe de 5°C/min. La réactivité des produits a été caractérisée par un suivi thermique lors de l'hydratation de ces derniers à l'aide de thermocouples K reliés à une centrale d'acquisition numérique. Les propriétés mécaniques ont été évaluées à l'aide d'une presse Controlab E01605X suivant la norme des liants-plâtres NF EN 13279.

### III. ANALYSE DES RESULTATS

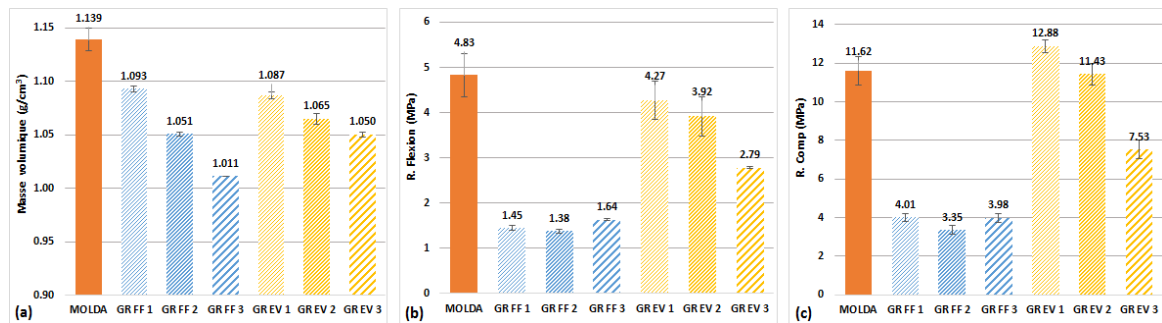


**FIGURE 2.** ATG (a), DRX (b), et suivi thermique d'hydratation (c) du gypse recyclé GR BRUT, de ses produits de cuisson par FF et EV et du plâtre MOLDA. (G : gypse ; HH : héli-hydrate ; D : dolomite)

Les ATG (Fig. 2a) nous donnent accès à la teneur en eau liée des matériaux. Ainsi, on observe entre 45 et 200°C des pertes de masses de 17,32%, 5,71%, 5,52% et 5,75% respectivement pour GR BRUT, GR FF 220, GR EV 160 et MOLDA. La pureté initiale du gypse recyclé est de 82,75%, calculée à partir de la perte de masse théorique d'eau liée du gypse pur : 20,93%. La calcite et la dolomite complètent principalement la composition. Les deux méthodes d'activation thermique conduisent au même degré de déshydratation du GR BRUT. Ce degré est sensiblement du même ordre que celui du plâtre commercial MOLDA (93% d'héli-hydrate et 4% de calcite). Les DRX (Fig. 2b) confirment le changement de phase cristalline subie par GR BRUT pour les deux méthodes d'activation thermique. En effet, les pics caractéristiques majeurs des produits activés sont ceux de l'héli-hydrate, de même que pour le plâtre commercial MOLDA. La présence de calcite est masquée par les pics du gypse (29,1°) et de l'héli-hydrate (29,8°). Les traces de dolomite sont visibles à 31° pour GR EV 160. L'hydratation de l'héli-hydrate est une réaction exothermique. Le suivi thermique de l'hydratation des produits générés (Fig. 2c) permet de qualifier la réactivité des liants. On constate une différence suivant les méthodes d'activation. L'héli-hydrate mis en œuvre par calcination flash semble plus réactif que son homologue par étuvage ventilé, ce qui pourrait être dû à la formation d'anhydrite III très réactive lors de la cuisson flash, déjà observé dans la littérature (Aranda 2012). Par ailleurs, la réactivité du MOLDA est décalée dans le temps, probablement due à l'utilisation d'un régulateur de prise dans sa formulation. Trois formulations ont été réalisées avec les deux produits issus des deux méthodes d'activation thermique afin de réaliser des éprouvettes 4x4x16 cm<sup>3</sup> : deux dilutions, respectivement de 25 et 50% dans le plâtre commercial MOLDA, et la dernière à 100% du liant régénéré. Ces formulations, présentées dans le Tableau 1, ont été adjuvantées empiriquement afin d'atteindre une fluidité usuelle ( $\varnothing$  anneau FLS  $\approx$  18cm) et une fin de prise autour d'une heure. Le taux de gâchage (E/L) employé est identique et fixé à 0,65.

**TABLEAU 1.** Formulations des produits de cuissons

| Référence | GR XX / MOLDA<br>(%m / %m) | Chaux aérienne – Carmeuse<br>SuperCalco® 97 (%m) | Fluidifiant – Coatex<br>Ethacryl™ (%m) | Retardateur de prise –<br>Sika Retardan® P (%m) |
|-----------|----------------------------|--|--|---|
| GR FF 1   | 25 / 75                    | 0  | 0,1                                    | 0,25  |
| GR FF 2   | 50 / 50                    | 0  | 0,45                                   | 0,40  |
| GR FF 3   | 100 / 0                    | 3  | 1                                      | 0,8   |
| GR EV 1   | 25 / 75                    | 0  | 0,075                                  | 0,02  |
| GR EV 2   | 50 / 50                    | 0  | 0,2                                    | 0,045   |
| GR EV 3   | 100 / 0                    | 3  | 0,5                                    | 0,15  |



**FIGURE 3. Masse volumique apparente (a), résistance à la flexion (b) et résistance à la compression (c) des éprouvettes des formulations FF et EV et du plâtre MOLDA (E/L = 0,65).**

Les masses volumiques apparentes décroissent lorsque la proportion d'hémi-hydrate revalorisé augmente dans les formulations (Fig. 3a), et ce, pour les deux méthodes d'activation thermique. L'augmentation de la teneur en fluidifiant, présentant un effet entraîneur d'air, pourrait expliquer ces résultats. Les résistances en flexion et compression (Fig. 3 b-c) nous montrent que l'activation thermique par étuvage ventilé est significativement préférable à la calcination flash vis-à-vis des propriétés mécaniques. Par ailleurs, on remarque que l'introduction de GR FF 220 en dilution avec du MOLDA semble régir les résistances finales des liants formulés et imposer ses propriétés mécaniques aux mélanges car aucune différence notable n'est constatable entre les différents taux de substitution (25, 50 et 100%). Inversement, le liant GR EV 160 semble conduire à des résistances qui restent proportionnelles au taux de substitution. Étonnamment, une substitution du MOLDA à 25 et 50% par ce liant ne semble pas avoir d'effet néfaste en compression.

#### IV. CONCLUSION

La revalorisation de gypse recyclé par activation thermique a été réalisée à l'aide de deux méthodes différentes : une calcination rapide dite « flash » caractérisée par un temps de séjour de particule inférieur à 2 s et un étuvage ventilé, plus doux (2 h 30). Ceci permet d'obtenir un produit de type hémi-hydrate, confirmé par DRX et ATG. Le flashage génère un produit plus réactif que l'étuvage, nécessitant une formulation plus adjuivée (fluidifiant, retardant) conduisant à des propriétés mécaniques sensiblement inférieures à l'étuvage ventilé. L'activation par étuvage ventilée conduit à un produit qui peut se substituer à hauteur de 50% à un plâtre commercial standard sans en affecter les propriétés mécaniques finales en compression. Les surfaces spécifiques des produits générés sont en cours d'investigations pour contribuer à expliquer ces différences de réactivités.

#### REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient VEOLIA et l'ADEME pour le cofinancement de ce projet de recherche.

#### REFERENCES

- ECV. (2019). Engagement pour la croissance verte relatif au recyclage des déchets de plâtre
- Tanaka, H., Uchida, K. & Kanesaki, Y. (1983). The properties of II CaSO<sub>4</sub> obtained by Flash Calcination, *Journal of the society of powder technology*, vol. 20, n° 4, pages 194-202.
- Gaudrel, D., Phelipot-Mardele, A., Lanos, C., Gloennec, M. (2019). Revalorisation de gypse recyclé par calcination flash, 37<sup>èmes</sup> rencontres de l'AUGC, Polytech Nice Sophia.
- Aranda, B. (2012). Réactivité et durabilité à base de sulfate de calcium et de liants minéraux classiques, Thèse de doctorat, INSA Rennes.
- NF EN 13279. (2014). Liants-plâtres et enduits à base de plâtre pour le bâtiment.
- Zhixin, L., Kaidong, X., Jiahui, P., Jina, W., Xianwei, M., & Jishou, N. (2018). Investigation on the Deterioration Mechanism of Recycled Plaster. *Advances in Materials Sciences and Engineering*.