



**HAL**  
open science

# Contribution à l'élaboration de sables de mâchefers améliorés en vue d'une valorisation dans la formulation de matériaux cimentaires

Jacques Rémy Minane

► **To cite this version:**

Jacques Rémy Minane. Contribution à l'élaboration de sables de mâchefers améliorés en vue d'une valorisation dans la formulation de matériaux cimentaires. Génie civil. Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I, 2017. Français. NNT : 2017LIL10133 . tel-04010843

**HAL Id: tel-04010843**

**<https://theses.hal.science/tel-04010843>**

Submitted on 2 Mar 2023

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

N° D'ORDRE: 42459



ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES POUR L'INGÉNIEUR - UNIVERSITÉ LILLE NORD-DE-FRANCE - 072

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

# Docteur de l'Université de Lille 1

Spécialité: Génie Civil

présentée et soutenue publiquement par

**Jacques Rémy MINANE**

le 06 Novembre 2017

## Contribution à l'élaboration de sables de mâchefers améliorés en vue d'une valorisation dans la formulation de matériaux cimentaires

Jury d'examen

Mme Stéphanie STAQUET,	Professeur, Université Libre de Bruxelles	Président du jury
M. Luc COURARD,	Professeur, Université de Liège	Rapporteur
M. Fabrice BERNARD,	MCF, HDR INSA Rennes	Rapporteur
Mme Anne PANTET,	Professeur, Université du Havre	Examineur
Mme Francine ROUDET,	MCF, HDR Université de Lille 1	Examineur
M. Raffaele VINAI,	Docteur, Queen's University Belfast	Examineur
M. Georges AOUD,	Docteur, HDR Université de Balamand	Examineur
M. Nor Edine ABRIAK,	Professeur, IMT Lille Douai	Directeur de thèse
M. Frédéric BECQUART,	Maître-Assistant, IMT Lille Douai	Encadrant, Invité
M. Christophe DEBOFFE,	Ingénieur, NEO-ECO Développement	Invité

Laboratoire d'accueil: Département Génie Civil & Environnemental de l'IMT Lille Douai





A

Rafaëla, ma fille bien aimée

Qui a souffert de mon absence durant ces trois années de thèse  
Je n'ai pas pu être présent mais sache que je n'ai cessé  
de penser à toi et ton amour m'as permis d'arriver au bout de ce travail.

Tu trouveras à travers ce mémoire de thèse,  
tout mon amour et mon affection que je n'ai pas pu te montrer.

Je t'ai aimée, je t'aime et je t'aimerai toujours

A

Mes parents

A

Mes frères

A

Toute ma famille

**Je dédie ce travail**

# Remerciements

Ce mémoire présente une synthèse de mes travaux de recherche doctorale réalisés au sein du Département de Génie Civil & Environnemental (GCE) de l'Institut Mines-Télécom Lille-Douai sous la direction du Professeur Nor-Edine Abriak et l'encadrement du Docteur Frédéric Becquart.

Mes remerciements s'adressent tout d'abord, à mon directeur de thèse, monsieur Nor-Edine Abriak qui a accepté de diriger mes travaux de thèse. Ses conseils et surtout sa disponibilité à mon égard m'ont permis de mener cette recherche dans un climat de confiance et de sérénité.

Mes remerciements s'adressent à mon encadrant monsieur Frédéric Becquart, qui a cru en moi et m'a donné la chance de participer à cette aventure que je qualifierai d'extraordinaire. Merci Frédéric, pour ton écoute, tes conseils, tes idées et surtout ta compréhension durant ces trois années.

Je remercie monsieur Christophe Deboffe, Directeur Général de l'entreprise Néo-Eco Développement, pour l'accompagnement technique durant cette thèse, et l'appui financier durant mes participations aux conférences internationales.

Je remercie sincèrement mes rapporteurs de thèse, monsieur Luc Courard et monsieur Fabrice Bernard pour avoir accepté de rapporter ce travail de recherche mais aussi pour les remarques et suggestions. De plus, j'exprime aussi toute ma gratitude envers les autres membres du jury à travers leurs contributions pour l'amélioration de la qualité du présent rapport.

Je remercie particulièrement monsieur Georges Aouad, Associate Professor à l'université de Balamand qui a considérablement contribué dans plusieurs aspects de cette thèse.

Je remercie monsieur Jean-Hugues Thomassin, Professeur émérite de l'université de Poitiers à la retraite, pour la relecture de ce mémoire de thèse et surtout pour les conseils et suggestions prodigués à mon égard depuis le début de ma carrière de chercheur junior à 2iE. Merci pour tout Aniaba.

Je remercie madame Anne Pantet, Professeur à l'université du Havre, pour son soutien moral pendant les moments difficiles et son apport scientifique dans l'élaboration de ce rapport.

Je remercie monsieur Raffaele Vinai, Chercheur à la Queen's University Belfast, qui m'a initié au métier de chercheur et m'a inculqué la rigueur scientifique dans toutes mes activités. Merci à toi pour la relecture de ce mémoire de thèse et surtout pour les commentaires qui ont permis à l'amélioration de ce travail.

---

Ces remerciements s'adressent également :

A l'ensemble des enseignants-chercheurs du département GCE qui m'ont apporté leurs contributions dans la réalisation de cette thèse.

A l'ensemble du personnel administratif et technique du département GCE de l'IMT Lille Douai, Damien, Dominique, Guillaume, Jacqueline, Johanna, Michaël. Vos conseils, vos idées et notamment votre professionnalisme m'ont permis d'acquérir des compétences techniques et humaines durant ces trois années.

A madame Carole Delchambre. Merci à toi pour tout ce que tu as fait pour moi depuis mon arrivée au département Génie Civil & Environnemental jusqu'à ma soutenance. J'ai beaucoup appris à tes côtés notamment sur les plans professionnel et humain.

Au Docteur Adolphe Kimbonguila, qui a facilité mon intégration dans la région Hauts-de-France, et avec qui j'ai passé des moments agréables et inoubliables.

A mes anciens collaborateurs et amis du LEMC de l'Institut International d'ingénierie de l'Eau et de l'Environnement (2iE) au Burkina Faso, qui m'ont encadré dès mes premiers pas dans la recherche. Dr Ismaïla Gueye, Dr Abdou Lawane, M. Koffi Kokole, M. Salifou Kabore pour ne citer que ceux-là. Vos contributions dans ma formation de jeune chercheur jusqu'à l'aboutissement de cette thèse sont immenses et indescriptibles.

A mes collègues doctorants du GCE, précisément Aurélie ma collègue de bureau. Merci pour les échanges et surtout pour l'ambiance chaleureuse dans le bureau pendant ces années.

A l'équipe du Centre de Formation Professionnelle International Team Consulting (ITCo) à Yaoundé au Cameroun, pour leurs contributions dans la relecture de ce manuscrit.

A mes amis Sandrine, Michel et Audrey qui m'ont soutenu pendant les moments difficiles dans le cadre de la réalisation de cette thèse.

A toi Sévérin Tanoh, mon voisin d'appartement, collègue et ami à 2iE au Burkina Faso. Tu as joué un rôle important dans la recherche de cette thèse et je tiens à te remercier personnellement pour le soutien que tu m'as apporté pendant les moments difficiles passés à Ouagadougou.

Enfin, à tous ceux qui quotidiennement et sincèrement, m'ont soutenu moralement et qui de près ou de loin ont contribué au succès de ce travail, qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude.

# Table des matières

<b>Dédicace</b>	<b>i</b>
<b>Remerciements</b>	<b>ii</b>
<b>Liste des abréviations et symboles</b>	<b>xv</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>1 État de l’art sur les mâchefers d’incinération et les procédés de traitement</b>	<b>7</b>
1.1 Introduction . . . . .	8
1.2 Généralités sur les mâchefers d’incinération de déchets non dangereux . . . . .	8
1.2.1 Définition, origine et élaboration des mâchefers . . . . .	8
1.2.1.1 Genèse de la gestion des ordures ménagères en France . . . . .	8
1.2.1.2 Origine des mâchefers d’incinération . . . . .	8
1.2.1.3 Traitement et élaboration des mâchefers . . . . .	9
1.3 Facteurs influençant la composition des mâchefers d’incinération . . . . .	11
1.3.1 Collecte sélective des déchets ménagers . . . . .	11
1.3.2 Choix de l’incinérateur . . . . .	12
1.3.2.1 Technologie des fours à grille . . . . .	12
1.3.2.2 Technologie des fours tournants . . . . .	13
1.3.2.3 Technologie à lits fluidisés . . . . .	13
1.3.3 Mode de refroidissement . . . . .	14
1.3.4 Maturation . . . . .	15
1.4 Caractéristiques des mâchefers d’incinération . . . . .	16
1.4.1 Propriétés physiques et géotechniques . . . . .	16
1.4.2 Propriétés chimiques . . . . .	17
1.4.2.1 Composition élémentaire . . . . .	17
1.4.2.2 Composition minéralogique . . . . .	18
1.4.3 Propriétés environnementales . . . . .	20
1.5 Cadre réglementaire et législatif sur la gestion des mâchefers . . . . .	20
1.5.1 Législation sur la gestion des mâchefers dans l’Union Européenne . . . . .	20
1.5.1.1 Cas de la France . . . . .	23

1.5.1.2	Cas des Pays-Bas . . . . .	29
1.5.1.3	Cas de l'Allemagne . . . . .	31
1.5.1.4	Cas de la Belgique . . . . .	32
1.5.1.5	Cas du Danemark . . . . .	35
1.5.1.6	Cas de l'Italie . . . . .	37
1.5.1.7	Cas de l'Espagne . . . . .	38
1.5.1.8	Cas de la Suède . . . . .	39
1.5.2	Législation sur la gestion des mâchefers en Asie et en Amérique . . . . .	39
1.5.2.1	Cas de la Chine . . . . .	39
1.5.2.2	Cas des USA . . . . .	40
1.6	Filières de valorisation des mâchefers d'incinération . . . . .	41
1.6.1	Intérêt de la valorisation . . . . .	41
1.6.2	Application en techniques routières . . . . .	42
1.6.3	Application dans les céramiques . . . . .	43
1.6.4	Application dans la production du ciment . . . . .	43
1.6.5	Application dans la confection de mortiers et bétons . . . . .	44
1.6.5.1	Réaction alcali-silice . . . . .	47
1.6.5.2	Formation des hydroxydes d'aluminium et des aluminates . . . . .	49
1.6.5.3	Formation de l'ettringite secondaire . . . . .	50
1.6.5.4	Hydratation de la chaux et des oxydes de magnésium . . . . .	51
1.7	Procédés de traitement améliorés . . . . .	52
1.7.1	Procédés de séparation par voie sèche . . . . .	52
1.7.1.1	Procédé Heros (Granova) . . . . .	52
1.7.1.2	Procédé ADR Inashco . . . . .	54
1.7.2	Procédés de séparation par voie humide . . . . .	55
1.7.2.1	Procédé Indaver . . . . .	55
1.7.2.2	Procédé par voie humide AEB . . . . .	56
1.7.2.3	Procédé HVC-Dolman . . . . .	59
1.7.2.4	Autres méthodes . . . . .	59
1.8	Conclusions . . . . .	61
<b>2</b>	<b>Méthodologie de traitement des MIDND développée dans l'étude</b>	<b>63</b>
2.1	Introduction . . . . .	64
2.2	Identification du problème . . . . .	64
2.3	Analyse des différentes options de traitement . . . . .	65
2.4	Choix et justification de la solution de traitement retenue . . . . .	66
2.4.1	Séparation mécanique par broyage . . . . .	67
2.4.1.1	BHS-Sonthofen . . . . .	68
2.4.2	Séparation magnétique . . . . .	69
2.4.2.1	Tambours et poulies magnétiques . . . . .	70
2.4.2.2	Séparateurs à courant de Foucault NES 4T . . . . .	70
2.5	Validation de la méthodologie de traitement proposée et résultats obtenus . . . . .	71
2.5.1	Description et provenance des matériaux de l'étude . . . . .	71

2.5.1.1	Mâchefers MAC-H . . . . .	71
2.5.1.2	Mâchefers MAC-S . . . . .	72
2.5.1.3	Mâchefers MAC-A . . . . .	72
2.5.2	Résultats obtenus sur les particules métalliques récupérées . . . . .	74
2.6	Conclusions . . . . .	79
<b>3</b>	<b>Caractérisation des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux</b>	<b>81</b>
3.1	Introduction . . . . .	82
3.2	Préparation des matériaux et protocole d'essais . . . . .	82
3.3	Caractérisation physique des mâchefers . . . . .	83
3.3.1	Analyse granulométrique par tamisage . . . . .	83
3.3.1.1	Fraction granulaire 0-2 mm . . . . .	83
3.3.1.2	Fraction granulaire 2-4 mm . . . . .	84
3.3.1.3	Fractions granulaires 2-6 mm et 6-20 mm . . . . .	85
3.3.2	Caractérisation de la morphologie des grains de mâchefers . . . . .	87
3.3.2.1	Essai à l'angulomètre . . . . .	87
3.3.2.2	Analyse par imagerie au microscope . . . . .	88
3.3.3	Absorption en eau des matériaux . . . . .	89
3.3.4	Masse volumique absolue et masse volumique réelle des mâchefers . . . . .	90
3.3.4.1	Masse volumique absolue . . . . .	91
3.3.4.2	Masse volumique réelle . . . . .	92
3.3.5	Perte au feu des mâchefers d'incinération . . . . .	93
3.4	Caractérisation chimique des mâchefers . . . . .	95
3.4.1	Composition élémentaire par fluorescence X . . . . .	95
3.4.2	Minéralisation acide des mâchefers d'incinération . . . . .	100
3.5	Caractérisation minéralogique des grains de mâchefers . . . . .	105
3.6	Caractérisation environnementale des mâchefers . . . . .	107
3.7	Conclusions . . . . .	111
<b>4</b>	<b>Comportement des sables de mâchefers dans une matrice cimentaire</b>	<b>113</b>
4.1	Introduction . . . . .	114
4.2	Matériaux . . . . .	114
4.2.1	Choix des ciments de l'étude . . . . .	114
4.2.2	Choix de l'adjuvant . . . . .	114
4.2.3	Choix des sables de l'étude . . . . .	115
4.3	Méthodologie de formulation des mortiers . . . . .	115
4.3.1	Compatibilité des matériaux . . . . .	115
4.3.1.1	Saturation ciment - adjuvant . . . . .	115
4.3.1.2	Saturation ciment - adjuvant - sable de mâchefers . . . . .	118
4.3.2	Composition des mortiers . . . . .	122
4.4	Étude sur la caractérisation des mortiers . . . . .	124
4.4.1	Caractérisation physico-mécanique . . . . .	124
4.4.1.1	Résistance à la compression mono axiale . . . . .	124

4.4.1.2	Module dynamique sur les mortiers . . . . .	132
4.4.2	Caractérisation du réseau poreux des mortiers . . . . .	139
4.4.2.1	Préparation de l'échantillon . . . . .	139
4.4.2.2	Résultats de la porosité des mortiers . . . . .	139
4.4.3	Caractérisation environnementale des mortiers . . . . .	143
4.4.4	Évolution du retrait et du gonflement sur les mortiers . . . . .	149
4.5	Conclusions . . . . .	155
<b>5</b>	<b>Caractérisation de la microstructure des mortiers à base de mâchefers</b>	<b>157</b>
5.1	Introduction . . . . .	158
5.2	État de l'art sur les techniques d'indentation instrumentée . . . . .	158
5.2.1	Généralités . . . . .	158
5.2.2	Détermination des propriétés mécaniques par indentation . . . . .	158
5.2.2.1	Préparation des échantillons . . . . .	158
5.2.2.2	Types d'indenteurs . . . . .	159
5.2.2.3	Défaut de pointe . . . . .	160
5.2.2.4	Calcul de la dureté d'un matériau . . . . .	160
5.2.2.5	Calcul du module élastique d'un matériau . . . . .	161
5.2.3	Propriétés mécaniques de la pâte de ciment . . . . .	163
5.3	Matériaux . . . . .	166
5.3.1	Choix et justification des matériaux utilisés . . . . .	166
5.3.2	Préparation des matériaux . . . . .	166
5.4	Matériels et méthodes . . . . .	167
5.4.1	Description du matériel utilisé . . . . .	167
5.4.2	Mode opératoire de l'essai . . . . .	167
5.5	Résultats et discussions . . . . .	168
5.5.1	Acquisitions des images au microscope électronique à balayage . . . . .	168
5.5.2	Composition élémentaire massique de la pâte de ciment . . . . .	170
5.5.3	Propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie . . . . .	173
5.6	Conclusions . . . . .	177
	<b>Conclusions générales et perspectives</b>	<b>179</b>
	<b>Annexes</b>	<b>196</b>
	<b>A Répartition des UIOM et IME en France</b>	<b>197</b>
	<b>B Fiche technique de produit mâchefer amélioré</b>	<b>199</b>
B.1	Fiche technique produit Granova . . . . .	199
B.2	Fiche technique produit Inashco . . . . .	202
	<b>C Fiche technique produit sable 0/4 mm Carrières Boulonnais</b>	<b>204</b>
	<b>D Fiche technique ciment</b>	<b>206</b>
D.1	Fiche technique des ciments utilisés CEM I et CEM III . . . . .	206



<b>E</b>	<b>Fiche technique superplastifiant</b>	<b>209</b>
<b>F</b>	<b>Diffractogramme des sables de mâchefers traités</b>	<b>212</b>
<b>G</b>	<b>Résultats des porosités sur les mortiers</b>	<b>216</b>
	<b>Résumé/Abstract</b>	<b>221</b>

# Liste des tableaux

1.1	Etude comparative des modes de refroidissement des MIDND . . . . .	15
1.2	Caractéristiques physiques et géotechniques des mâchefers d'incinération . . . . .	16
1.3	Composition élémentaire moyenne d'un mâchefer d'incinération . . . . .	17
1.4	Constituants chimiques majeurs dans les mâchefers d'incinération . . . . .	18
1.5	Principales espèces minérales identifiées dans les mâchefers . . . . .	19
1.6	Valeurs seuils des lixiviats pour les catégories de déchets . . . . .	22
1.7	Normes expérimentales des essais de lixiviation dans quelques pays . . . . .	23
1.8	Valeurs limites pour les teneurs intrinsèques en éléments polluants . . . . .	25
1.9	Valeurs limites à respecter pour le comportement à la lixiviation . . . . .	26
1.10	Valeurs limites des lixiviats selon la BMD et la SQD . . . . .	30
1.11	Valeurs limites de mise en décharge aux Pays-Bas . . . . .	31
1.12	Valeurs seuils admissibles pour le recyclage en Allemagne . . . . .	32
1.13	Valeurs seuils admissibles pour le recyclage des déchets . . . . .	33
1.14	Valeurs seuils admissibles pour la mise en dépôt . . . . .	34
1.15	Classification des sols et résidus au Danemark . . . . .	35
1.16	Valeurs limites de lixiviation au Danemark . . . . .	35
1.17	Applications pour une utilisation de mâchefers dans la construction . . . . .	36
1.18	Critères d'acceptabilité sur la gestion des mâchefers . . . . .	38
1.19	Valeurs limites de la lixiviation en Catalogne . . . . .	39
1.20	Valeurs admissibles de lixiviation selon les normes US EPA . . . . .	41
1.21	Recyclage des mâchefers comme matériaux secondaires en Europe . . . . .	42
1.22	Propriétés mécaniques des matériaux cimentaires contenant du sable de mâchefers	47
1.23	Différents équipements du procédé AEB . . . . .	57
1.24	Plan comparatif des différents procédés de traitement des mâchefers . . . . .	60
2.1	Propriétés des MIDND à la sortie des broyeurs et concasseurs BHS . . . . .	74
2.2	Taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux dans les MIDND étudiés	75
2.3	Taux de récupération des particules métalliques dans la fraction 0-4 mm . . . . .	78
3.1	Résultats obtenus sur les mesures à l'angulomètre . . . . .	87
3.2	Coefficients d'absorption en eau des mâchefers traités et non traités . . . . .	90
3.3	Résultats des mesures de masses volumiques absolues des mâchefers . . . . .	91

3.4	Résultats des masses volumiques réelles des mâchefers d'incinération . . . . .	92
3.5	Résultats des mesures de pertes au feu des mâchefers d'incinération . . . . .	94
3.6	Composition élémentaire massique de la fraction 0-2 mm . . . . .	96
3.7	Composition élémentaire massique de la fraction 2-4 mm . . . . .	97
3.8	Composition élémentaire massique des fractions 2-6 mm et 6-20 mm . . . . .	98
3.9	Composition élémentaire de la fraction 0-20 mm . . . . .	99
3.10	Minéralisation acide de la fraction 0-2 mm . . . . .	101
3.11	Minéralisation acide de la fraction 2-4 mm . . . . .	102
3.12	Minéralisation acide des fractions 2-6 mm et 6-20 mm . . . . .	102
3.13	Minéralisation acide de la fraction 0-20 mm . . . . .	103
3.14	Taux de récupération des particules de fer et d'aluminium dans les mâchefers . .	105
3.15	Comportement à la lixiviation de la fraction 0-2 mm . . . . .	108
3.16	Comportement à la lixiviation de la fraction 2-4 mm . . . . .	109
3.17	Comportement à la lixiviation des fractions 2-6 et 6-20 mm . . . . .	109
3.18	Comportement à la lixiviation de la fraction 0-20 mm . . . . .	110
4.1	Composition des mortiers à base de sables normalisé et mâchefers traités . . . . .	123
4.2	Composition des mortiers à base de sables de mâchefers non traités . . . . .	124
4.3	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers SN . . . . .	133
4.4	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-A 100%M . . . . .	134
4.5	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-A 75%+25%S . . . . .	134
4.6	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-A 50%M+50%S . . . . .	134
4.7	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-S 100%M . . . . .	135
4.8	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-S 75%M+25%S . . . . .	135
4.9	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-S 50%M+50%S . . . . .	135
4.10	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-H 100%M . . . . .	136
4.11	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-H 75%M+25%S . . . . .	136
4.12	Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-H 50%M+50%S . . . . .	136
4.13	Méthodes d'analyses pour la caractérisation environnementale des mortiers . . .	144
4.14	Propriétés environnementales des mortiers SN . . . . .	145
4.15	Propriétés environnementales des mortiers MAC-A . . . . .	146
4.16	Propriétés environnementales des mortiers MAC-S . . . . .	147
4.17	Propriétés environnementales des mortiers MAC-H . . . . .	148
4.18	Mesures de pH et conductivités sur les bains d'eau analysés . . . . .	154
5.1	Différentes méthodes de calcul de la dureté . . . . .	161
5.2	Propriétés mécaniques des C-S-H présents dans la pâte de ciment . . . . .	164
5.3	Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier SN CEM-I . . . . .	170
5.4	Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier SN CEM-III . . . . .	170
5.5	Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-A CEM-I . . . .	171
5.6	Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-A CEM-III . . .	171
5.7	Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-S CEM-I . . . .	172
5.8	Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-S CEM-III . . .	172

5.9	Composition chimique des ciments CEM I et CEM III/A . . . . .	173
5.10	Mesures du module élastique et de la dureté de Martens de la pâte de ciment . .	175

# Liste des figures

1	Démarche scientifique adoptée dans l'étude . . . . .	5
1.1	Schéma d'une usine d'incinération de déchets non dangereux (four à grille) . . . .	9
1.2	Différentes fractions granulaires d'un mâchefer d'incinération . . . . .	9
1.3	Représentation schématique du procédé de séparation par voie sèche . . . . .	10
1.4	Mâchefer d'incinération élaboré après 4 mois de maturation en IME . . . . .	11
1.5	Four à grille . . . . .	12
1.6	Four tournant . . . . .	13
1.7	Four à lit fluidisé . . . . .	14
1.8	Quantité de MIDND produits, valorisés et non valorisés, en 2010 et 2011 . . . . .	27
1.9	Répartition des modes de valorisation des mâchefers élaborés par 56 UIOM . . . .	27
1.10	Formation du gel de silice . . . . .	48
1.11	Différentes formes de porosités identifiées dans les bétons de mâchefers . . . . .	49
1.12	Gel d'hydroxyde d'aluminium formé . . . . .	50
1.13	Épaufrures sur la surface plane d'un béton . . . . .	50
1.14	Formation de l'ettringite secondaire . . . . .	51
1.15	Procédé de fabrication des agrégats Granova . . . . .	53
1.16	Synoptique du procédé de séparation ADR-Inashco . . . . .	55
1.17	Schéma du traitement des mâchefers par le procédé Indaver . . . . .	56
1.18	Synoptique du procédé de séparation par la voie humide de l'AEB . . . . .	57
1.19	Principe du mode de séparation . . . . .	58
1.20	Séparateur par gravité cinétique . . . . .	59
2.1	Schéma de la méthodologie innovante de traitement des mâchefers d'incinération	67
2.2	Procédé de broyage des matériaux solidarisés . . . . .	67
2.3	Machines de broyage et concassage BHS-Sonthofen . . . . .	68
2.4	Broyeurs et concasseurs BHS-Sonthofen . . . . .	69
2.5	Tambours magnétiques STEINERT . . . . .	70
2.6	Séparateur à courant de Foucault NES 4T à pôles excentrés . . . . .	71
2.7	MAC-H fraction 0-20 mm et débris > à 20 mm . . . . .	72
2.8	MAC-S fraction 0-20 mm et débris > à 20 mm . . . . .	72
2.9	MAC-A fraction 0-20 mm et débris > à 20 mm . . . . .	73

2.10	Courbes granulométriques de la fraction 0-20 mm des MIDND bruts . . . . .	73
2.11	Métaux ferreux et non-ferreux récupérés dans les MIDND étudiés . . . . .	77
2.12	Paramètres caractéristiques identifiés pour valider le choix méthodologique . . . . .	78
3.1	Synoptique du protocole expérimental adopté dans cette étude . . . . .	83
3.2	Courbes granulométriques des mâchefers d'incinération pré/post traitement . . . . .	84
3.3	Courbes granulométriques des mâchefers d'incinération pré/post traitement . . . . .	85
3.4	Courbes granulométriques de la fraction 2-6 mm des mâchefers non traités . . . . .	86
3.5	Courbes granulométriques de la fraction 6-20 mm des mâchefers non traités . . . . .	86
3.6	Dispositif expérimental de l'analyse par imagerie au microscope numérique . . . . .	88
3.7	Image du sable normalisé observée au microscope . . . . .	88
3.8	Image de sables 0-2 mm de type MAC-A observée au microscope numérique . . . . .	89
3.9	Moule et dame pour la détermination de l'absorption en eau . . . . .	89
3.10	Fibres présentes dans les mâchefers d'incinération . . . . .	90
3.11	Dispositifs expérimentaux pour la détermination des masses volumiques . . . . .	91
3.12	Mode opératoire de la calcination des mâchefers d'incinération . . . . .	93
3.13	Machine Fluorescence X du laboratoire GCE . . . . .	95
3.14	Dispositif expérimental du filtrage des éluats de la minéralisation acide . . . . .	101
3.15	Diffractogrammes des sables de mâchefers non traités . . . . .	106
3.16	Diffractogrammes des sables de mâchefers traités . . . . .	106
3.17	Dispositif expérimental de rotation pour les analyses de lixiviation . . . . .	107
4.1	Cône de Marsh . . . . .	116
4.2	Courbes de saturation ciment - superplastifiant . . . . .	117
4.3	Viscosité du coulis en fonction du dosage en superplastifiant dans le temps . . . . .	118
4.4	Dispositif expérimental de mesure de l'affaissement au cône MBE . . . . .	119
4.5	Dispositif expérimental de mesure de l'étalement sur la table à secousses . . . . .	120
4.6	Mesures d'étalement et d'affaissement des mortiers MAC-A CEM I et CEM III . . . . .	120
4.7	Mesures d'étalement et d'affaissement des mortiers MAC-S CEM I et CEM III . . . . .	121
4.8	Mesures d'étalement et d'affaissement des mortiers MAC-H CEM I et CEM III . . . . .	121
4.9	Phénomènes de ségrégation observés dans la phase de saturation . . . . .	122
4.10	Mortiers de ciment à base des mâchefers non traités . . . . .	122
4.11	Presse électro-mécanique Instron 150 kN . . . . .	125
4.12	Résistance à la compression des mortiers MAC-A en fonction du temps de cure . . . . .	125
4.13	Résistance à la compression des mortiers MAC-S en fonction du temps de cure . . . . .	125
4.14	Résistance à la compression des mortiers MAC-H en fonction du temps de cure . . . . .	126
4.15	Résistance relative entre la résistance des mortiers MAC-A et SN . . . . .	128
4.16	Résistance relative entre la résistance des mortiers MAC-S et SN . . . . .	128
4.17	Résistance relative entre la résistance des mortiers MAC-H et SN . . . . .	129
4.18	Résistances mécaniques des mortiers MAC-A traités et non traités . . . . .	130
4.19	Résistances mécaniques des mortiers MAC-S traités et non traités . . . . .	130
4.20	Résistances mécaniques des mortiers MAC-H traités et non traités . . . . .	131
4.21	Mode opératoire des mesures de module dynamique . . . . .	132

---

4.22	Corrélation entre module dynamique et résistance des mortiers MAC-A . . . . .	137
4.23	Corrélation entre module dynamique et résistance des mortiers MAC-S . . . . .	137
4.24	Corrélation entre module dynamique et résistance des mortiers MAC-H . . . . .	138
4.25	Corrélation entre les modèles théoriques et les valeurs expérimentales . . . . .	139
4.26	Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 7 jours de cure . . . . .	140
4.27	Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 28 jours de cure . . . . .	140
4.28	Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 90 jours de cure . . . . .	140
4.29	Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 180 jours de cure . . . . .	141
4.30	Courbes granulométriques des ciments CEM I et CEM III . . . . .	142
4.31	Résistance en fonction de la porosité pour les mortiers MAC-A . . . . .	142
4.32	Résistance en fonction de la porosité pour les mortiers MAC-S . . . . .	143
4.33	Résistance en fonction de la porosité pour les mortiers MAC-H . . . . .	143
4.34	Appareillage pour la mesure du retrait et gonflement . . . . .	150
4.35	Retraits mesurés sur les mortiers MAC-A et sable normalisé . . . . .	150
4.36	Retraits mesurés sur les mortiers MAC-S et sable normalisé . . . . .	151
4.37	Retraits mesurés sur les mortiers MAC-H et sable normalisé . . . . .	151
4.38	Gonflements mesurés sur les mortiers MAC-A et sable normalisé . . . . .	152
4.39	Gonflements mesurés sur les mortiers MAC-S et sable normalisé . . . . .	153
4.40	Gonflements mesurés sur les mortiers MAC-H et sable normalisé . . . . .	153
5.1	Plan de coupe géométrique de l’empreinte de l’indenteur . . . . .	159
5.2	Schéma d’une pointe émoussée, Image au MEB de l’indenteur Vickers . . . . .	160
5.3	Courbe charge-décharge en fonction du déplacement . . . . .	161
5.4	Modèle de déformation . . . . .	162
5.5	Propriétés mécaniques de la pâte de ciment avec E/C égal à 0.4 . . . . .	165
5.6	Module de la pâte de ciment en fonction du degré d’hydratation . . . . .	166
5.7	Microscope électronique à balayage du département GCE . . . . .	167
5.8	Images au MEB des mortiers SN à 180 jours de cure . . . . .	168
5.9	Images au MEB des mortiers MAC-A à 180 jours de cure . . . . .	169
5.10	Images au MEB des mortiers MAC-S à 180 jours de cure . . . . .	169
5.11	Empreintes de l’indenteur Vickers sur les pâtes de ciment . . . . .	174
5.12	Exemple de la courbe d’indentation instrumentée brute de la pâte de ciment SN . . . . .	174
5.13	Détermination du module réduit de la pâte de ciment SN . . . . .	175

# Liste des abréviations et symboles

---

<b>Symboles</b>	<b>Définition</b>
A/C	Adjuvant sur Ciment
AEB	Afval Energie Bedrijf
BAEL	Béton Armé aux États Limites
BTP	Bâtiments et Travaux Publics
Cc	Coefficient de courbure
CG	Courbe Granulométrique
COT	Carbone Organique Total
Cu	Coefficient d'uniformité
DMA	Déchets Ménagers et Assimilés
Edyn	Module dynamique
Fe	Fer
HT	Hors Taxe
IME	Installation de Maturation et Élaboration
ISDND	Installation de Stockage de Déchets non Dangereux
L/S	Liquide sur Solide
MGA	Matériaux Granulaires Alternatifs
MIDND	Mâchefers d'Incinération de Déchets non Dangereux
MIOM	Mâchefers d'Incinération d'Ordures Ménagères
NF	Non-Ferreux



---

<b>Symboles</b>	<b>Définition</b>
OM	Ordures Ménagères
OPN	Optimum Proctor Normal
Rcm	Résistance moyenne à la compression mono axiale
rpm	Rotating per minute
SCF	Séparateur à Courant de Foucault
SN	Sable Normalisé
TCLP	Toxicity Characteristic Leaching Procedure
TGAP	Taxe Générale pour les Activités Polluantes
UIOM	Usine d'Incinération d'Ordures Ménagères
US EPA	United States Environmental Protection Agency
100%M	100% de sables de Mâchefers Traités
100%MNT	100% de sables de Mâchefers Non Traités
75%M +25%S	75% de sables de mâchefers traités et 25% de sable naturel
50%M+50%S	50% de sables de mâchefers traités et 50% de sable naturel

# Introduction générale

## Contexte de l'étude

La construction est un secteur d'activité où d'importantes quantités de matériaux granulaires naturels sont utilisées. En 2015, les besoins en matériaux de construction étaient évalués en moyenne à plus de 400 millions de tonnes en France [1]. La part des matériaux naturels quant à eux représentait plus de 300 millions de tonnes, soit environ 75% des besoins exprimés. Dans le souci de préserver l'environnement et de réduire l'utilisation de ces ressources naturelles non renouvelables, des solutions durables doivent être envisagées tout en maintenant la qualité et le confort des constructions.

Les déchets minéraux générés par le secteur du BTP et de l'industrie sont des matériaux granulaires alternatifs (MGA). Ils peuvent donc être une sérieuse alternative pour le secteur de la construction puisqu'ils représentent un gisement non négligeable (25 millions de tonnes en moyenne en 2015 [1]). Les déchets minéraux sont encore loin d'être reconnus comme des matériaux granulaires à part entière, d'une part à cause du statut de « déchet » ancré dans les mentalités et du contexte d'essais normatifs peu favorables et parfois inexistants. Mais la sortie implicite du statut de déchet crée des conditions plus favorables pour une massification de valorisation des matières premières recyclées. En effet, une substance ou un mélange de constituants (au sens des règlements REACH et CLP) issue d'une installation de production n'est pas un déchet et ce alors même que son producteur a pu recourir à des déchets comme matières premières. Aussi, du fait de leur nature et de leur composition (hétérogène), se pose la question de l'évolution de leurs propriétés dans le temps, de leurs impacts sur l'environnement et notamment de la durabilité des matériaux produits avec ces déchets. Par conséquent, il existe un réel besoin de caractériser ces matériaux granulaires alternatifs au même titre que les matériaux naturels (sable et gravier) avant toute utilisation dans le secteur de la construction. Cette caractérisation est d'autant plus nécessaire qu'elle doit permettre d'orienter les applications d'utilisation compatible, tout en identifiant les verrous scientifiques et techniques.

Dans le cadre de ce travail doctoral, nous nous sommes intéressés spécifiquement aux agrégats de mâchefers d'incinération de déchets non dangereux (MIDND) appelés auparavant « mâchefers d'incinération d'ordures ménagères » (ex-MIOM), résidus solides obtenus en sortie basse du four. L'incinération est le moyen de traitement thermique des déchets ménagers et assimilés le plus utilisé en Europe. Une tonne de déchets ménagers incinérés génère en moyenne

250 kg de mâchefers. En France, on évalue à plus de 3 millions de tonnes la production annuelle des mâchefers d'incinération [2]. Ces résidus granulaires sont des matériaux alternatifs évolutifs notamment de par l'influence du tri sélectif en amont, de par le procédé d'incinération, de par la phase de maturation et de par le traitement post incinération (enlèvement des particules métalliques). Ce caractère évolutif des mâchefers d'incinération doit pouvoir être mieux maîtrisé dans la perspective d'une valorisation pérenne à valeur ajoutée dans le secteur de la construction.

## Problématique et objectifs de l'étude

Les MIDND sont des matériaux granulaires qui ont été largement utilisés en techniques routières dans la plupart des pays Européens [3]. En France, l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011 encadre son utilisation dans les constructions routières tout en spécifiant les exigences techniques et environnementales à respecter [4]. Les nouveaux critères environnementaux plus restrictifs et l'absence de différentes filières de valorisation ne permettent pas de valoriser au maximum les quantités importantes de matériaux produits annuellement. Les quantités des mâchefers de type "valorisables" mais non valorisés par manque de débouchés étaient évaluées à 208 426 tonnes et 275 175 tonnes respectivement en 2010 et 2011 [2].

Dans ce contexte, il apparaît nécessaire de rechercher d'autres pistes de valorisation. Celle retenue dans ce travail concerne les matériaux cimentaires. Certains pays européens à l'instar des Pays-Bas ont entamé ces réflexions depuis quelques années et par conséquent, ont établi des directives qui encadrent le recyclage des mâchefers dans les matériaux cimentaires et plus précisément dans la confection des ouvrages en béton.

Les mâchefers d'incinération se composent de particules hétérogènes qui, associées à un liant hydraulique tel que le ciment, peuvent engendrer dans une certaine mesure des pathologies dans les ouvrages confectionnés. Ces pathologies sont responsables dans la plupart des cas, de la baisse des propriétés mécaniques des ouvrages en béton. Les particules métalliques (aluminium, fer, zinc, etc.) présentes dans les MIDND ont été identifiées comme principales responsables des propriétés amoindries des matériaux cimentaires [5, 6]. Pourtant, il existe dans le processus de traitement des mâchefers d'incinération une étape de récupération des métaux ferreux et non-ferreux respectivement à l'aide de tambours magnétiques et de séparateurs à courant de Foucault. Ces techniques retrouvées dans le processus de traitement conventionnel des mâchefers par voie sèche communément utilisées dans la plupart des pays européens sont efficaces pour l'enlèvement des particules métalliques présentes dans les fractions larges (10-15 mm) [7], mais restent assez inefficaces, voire même inadaptées dans les fractions fines [8]. De nouvelles solutions doivent donc être proposées pour épurer au mieux le matériau de ces particules métalliques, principalement dans les fractions fines dans un cadre de valorisation dans la matrice cimentaire.

Dans ce contexte, le travail de recherche développé dans le cadre de cette thèse doit concourir à l'élaboration de sables de mâchefers améliorés (pouvant se substituer partiellement ou totalement à un sable naturel) de meilleure compatibilité que les MIDND standards dans le cadre de la formulation de matériaux cimentaires. De cette finalité, découlent les deux objectifs majeurs suivants :

- i) Élaboration d'une nouvelle méthodologie de traitement des MIDND conduisant à une production de qualité supérieure en référence aux MIDND classiques. Il est question dans cette partie d'expliquer la méthodologie développée et de caractériser les granulats de mâchefers pré et post traitement sur les plans physique, chimique, minéralogique, environnemental afin de déterminer l'efficacité du traitement sur les MIDND.
- ii) Valorisation des MIDND dans les matériaux cimentaires. Il est question dans une première phase, de déterminer une méthodologie de formulation de mortiers cimentaires intégrant des sables de mâchefers améliorés de fraction 0-2 mm, considérée comme étant la fraction la plus problématique des MIDND dans le contexte "matériau cimentaire". Dans une seconde phase, le but est de caractériser des mortiers de MIDND améliorés sur les plans physique, mécanique et environnemental, d'évaluer quantitativement leur réseau poreux ainsi que les propriétés micro-mécaniques des pâtes durcies de ciment.

## Démarche méthodologique développée dans l'étude

Ce travail scientifique s'articule autour de cinq chapitres.

Le chapitre 1 présente une revue de la littérature sur les MIDND. Ce premier chapitre expose le processus de traitement et d'élaboration des mâchefers d'incinération en France et de la prise en compte de facteurs qui peuvent influencer sa composition en sortie d'usine d'incinération. Les propriétés physiques, chimiques, minéralogiques et géotechniques des MIDND produits en Europe sont ensuite présentées pour mettre en évidence le potentiel que présente le matériau en substitution de matériaux granulaires naturels non renouvelables dans les applications du génie civil. Quelques pistes de valorisation des mâchefers d'incinération dans le secteur de la construction et les obstacles rencontrés pour son utilisation sont abordés. Le cadre réglementaire et législatif sur la gestion des mâchefers d'incinération dans plusieurs pays et les différences rencontrées sur les exigences environnementales dans chaque pays sont explicités. Les procédés actuels de traitement améliorés des MIDND retrouvés dans la littérature sont présentés dans une dernière partie.

Le chapitre 2 expose explicitement la nouvelle méthodologie de traitement des MIDND développée dans le cadre de cette étude. Une description détaillée de la méthodologie de traitement proposée, en insistant sur toutes les technologies de séparation mécaniques et magnétiques utilisées pour épurer au mieux les mâchefers d'incinération des particules métalliques, est présentée. La démarche expérimentale adoptée dans l'étude afin de valider le choix méthodologique du traitement sur les mâchefers d'incinération y est développée.

Le chapitre 3 s'articule autour de la caractérisation des granulats de mâchefers d'incinération utilisés au cours de cette recherche dans l'optique d'établir une carte d'identité des matériaux avant toute application dans la construction. Les trois MIDND de provenances différentes caractérisés dans la présente étude ont été identifiés dans des usines d'incinération en France. Les paramètres physiques (granulométrie, angularité, absorption en eau, densité réelle et absolue),

chimiques, minéralogiques et environnementaux de chaque fraction de mâchefers sont exposés. Deux méthodes ont été utilisées pour quantifier les éléments minéraux présents dans les mâchefers d'incinération afin de valider le choix méthodologique sur le taux d'extraction des particules métalliques : les analyses par fluorescence X et la minéralisation acide au micro-onde conformément à la norme NF EN 13657.

Le chapitre 4 met en exergue les résultats sur le comportement mécanique des mortiers de ciment confectionnés avec des sables de mâchefers de la fraction granulaire 0-2 mm, la plus critique. La méthodologie de formulation des mortiers contenant les sables de mâchefers est explicitement présentée tout en décrivant le choix des matériaux (ciments et sables) et les dispositifs expérimentaux utilisés. Les propriétés physico-mécaniques obtenues sur les mortiers sont présentées à différentes échéances de cure humide, ainsi que les résultats sur les modules dynamiques et le réseau poreux. Des essais sur l'évolution du retrait et du gonflement des éprouvettes confectionnées ont aussi été réalisés pendant une période expérimentale de six mois.

Le chapitre 5 présente la caractérisation de la microstructure de la matrice cimentaire contenant les sables de mâchefers améliorés. Cette étude a consisté à déterminer les modules élastiques et de dureté de la pâte de ciment en utilisant une nouvelle technique d'indentation instrumentée sous microscope à balayage électronique (MEB) afin de mieux comprendre l'impact des mâchefers d'incinération dans la matrice cimentaire. Dans une première phase, une analyse qualitative et quantitative de la microstructure de la pâte de ciment est réalisée en utilisant la technique d'analyse d'images appliquée au MEB dans le but de déterminer sa composition chimique en proportions massiques. Dans une seconde phase, les modules élastiques et de la dureté de la pâte de ciment ont été déterminés et les résultats obtenus ont été comparés aux valeurs retrouvées dans la littérature.

Les résultats majeurs obtenus dans cette recherche et les perspectives stratégiques pour les développements futurs concluent ce travail de thèse.

Le synoptique de la figure 1 décrit la démarche scientifique adoptée dans le cadre de ce travail de recherche doctorale.

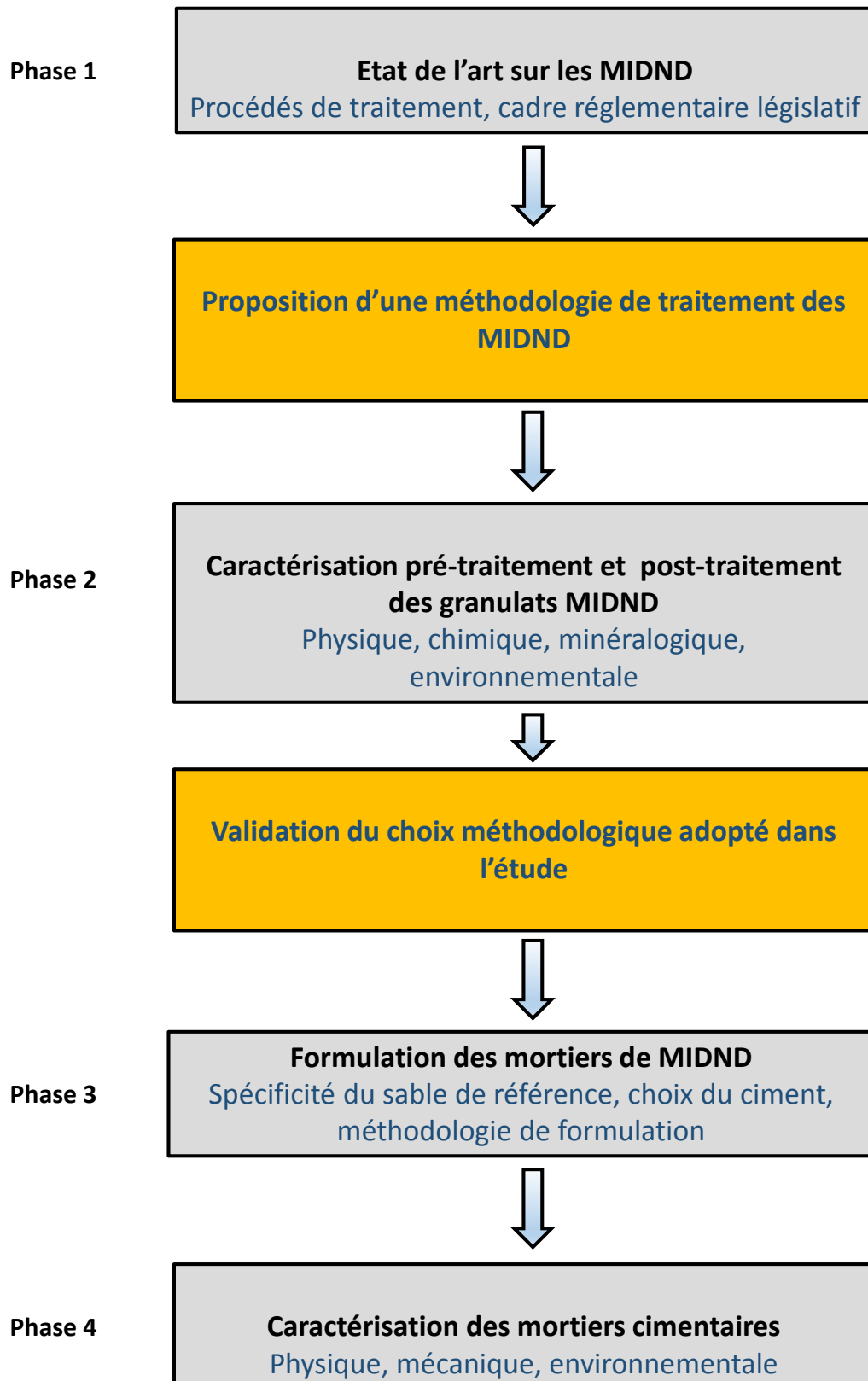


FIGURE 1 – Démarche scientifique adoptée dans l'étude



# Chapitre 1

## État de l'art sur les mâchefers d'incinération et les procédés de traitement

Ce premier chapitre décrit d'une manière générale la genèse de la gestion des ordures ménagères en France, jusqu'à l'élaboration des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux (MIDND). Dans un premier temps, les caractéristiques physico-chimiques, minéralogiques, géotechniques des mâchefers couramment rencontrés et les paramètres majeurs pouvant influencer la composition finale du matériau en sortie d'usine sont rappelés. Dans un second temps, une revue de la littérature sur le cadre réglementaire et législatif de la gestion des MIDND dans le monde ainsi que les filières de valorisation de ce matériau granulaire alternatif dans le secteur de la construction sont développées. Dans une dernière partie, les procédés de séparation existants les plus évolués pour le traitement des mâchefers d'incinération sont présentés.



## 1.1 Introduction

Ce chapitre expose une revue de la littérature sur les mâchefers d'incinération. Une bonne connaissance des propriétés physiques, chimiques, minéralogiques, environnementales du matériau et également du contexte réglementaire en vigueur est essentielle à une fin de valorisation compatible dans le secteur de la construction. Dans cette partie, il s'agit également de présenter les mâchefers d'incinération et l'influence des différents traitements effectués sur les grains qui impactent sur la qualité des ouvrages confectionnés avec ces matériaux granulaires.

## 1.2 Généralités sur les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux

### 1.2.1 Définition, origine et élaboration des mâchefers

#### 1.2.1.1 Genèse de la gestion des ordures ménagères en France

La gestion des déchets ménagers et assimilés (DMA) fait l'objet d'une attention particulière dans le monde en général et en France en particulier depuis les années 90. Les déchets ménagers et assimilés sont des déchets produits par l'activité domestique des ménages et les activités économiques, collectés par le service public d'élimination des déchets [9].

Avant 1992, le principal mode d'élimination des ordures ménagères était la mise en décharge. Puis la loi du 13 juillet 1992 (Code de l'Environnement) relative à l'élimination des déchets et aux installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE) a fait apparaître la notion de "déchet ultime" définissant comme tel, tout résidu résultant d'un traitement quelconque et n'étant plus susceptible d'être traité dans les conditions économiques et techniques du moment, notamment par extraction de la part valorisable, ou par réduction de son caractère polluant ou dangereux. Le deuxième alinéa de l'article L541-24 du Code de l'Environnement prévoit qu'à compter du 1<sup>er</sup> juillet 2002, seuls les déchets ultimes peuvent être admis en décharge [10]. Une étude menée par Eurostat en 2012 a révélé que chaque français produisait annuellement en moyenne 458 kg de déchets ménagers [11]. Face à ces tonnages de déchets de plus en plus croissants, l'incinération reste le moyen de traitement thermique le plus adapté qui va permettre de réduire en moyenne de 70% la masse des déchets et de 90% son volume [12].

#### 1.2.1.2 Origine des mâchefers d'incinération

Les MIDND sont les résidus solides qui résultent de la combustion des déchets ménagers en sortie basse du four (Fig. 1.1). Ces résidus, généralement refroidis à l'eau, sont très riches en matière minérale (silicium, aluminium, calcium, etc.) mais contiennent également de l'eau (20 à 25%), en moyenne 6 à 10% de particules métalliques récupérables et des indésirables [2, 13]. En 2010, 14 millions de tonnes de déchets ménagers ont été incinérés en France, produisant ainsi en moyenne 3 millions de tonnes de mâchefers d'incinération d'ordures ménagères (20 - 25% du tonnage incinéré) [2].

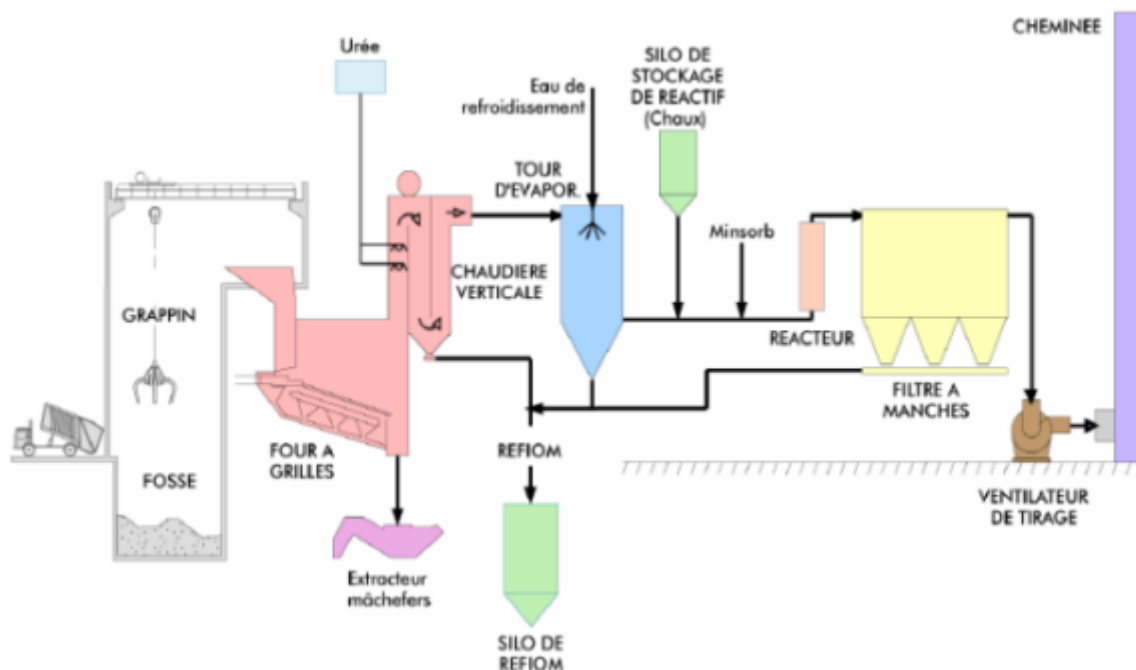


FIGURE 1.1 – Schéma d’une usine d’incinération de déchets non dangereux (four à grille) [14]

De manière générale, le mâchefer d’incinération brut est un matériau hétérogène (Fig. 1.2) qui se compose de débris de verres, de graves, de particules métalliques et d’eau.

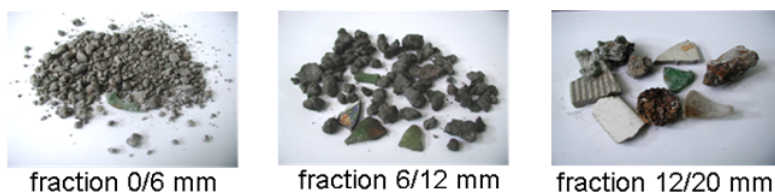


FIGURE 1.2 – Différentes fractions granulaires d’un mâchefer d’incinération [15]

### 1.2.1.3 Traitement et élaboration des mâchefers

En sortie de l’incinérateur, les mâchefers bruts doivent être traités avant d’envisager toute valorisation. Ce traitement peut se faire, soit directement au niveau de l’usine d’incinération d’ordures ménagères (UIOM), soit dans une installation de maturation et d’élaboration (IME).

#### 1.2.1.3.1 Traitement des mâchefers en UIOM

Après la phase d’incinération, les mâchefers sont dans un premier temps refroidis, puis ils subissent un criblage manuel ou mécanique afin d’éliminer les particules trop larges. Des opérations de déferrailage à l’aide d’overbands sont effectuées pour débarrasser au mieux les mâchefers des particules métalliques. Ils sont par la suite stockés sur le site de l’usine pour mûrir ou bien dirigés le cas échéant, vers une installation de maturation et d’élaboration pour poursuivre le processus d’élaboration de la grave de mâchefers.

Le processus de traitement des mâchefers d’incinération, communément utilisé en France et dans la plupart des pays européens est un procédé de séparation par voie sèche, qui permet

de récupérer les particules ferreuses et non ferreuses. Le synoptique simplifié de ce procédé de traitement est reporté sur la figure 1.3.

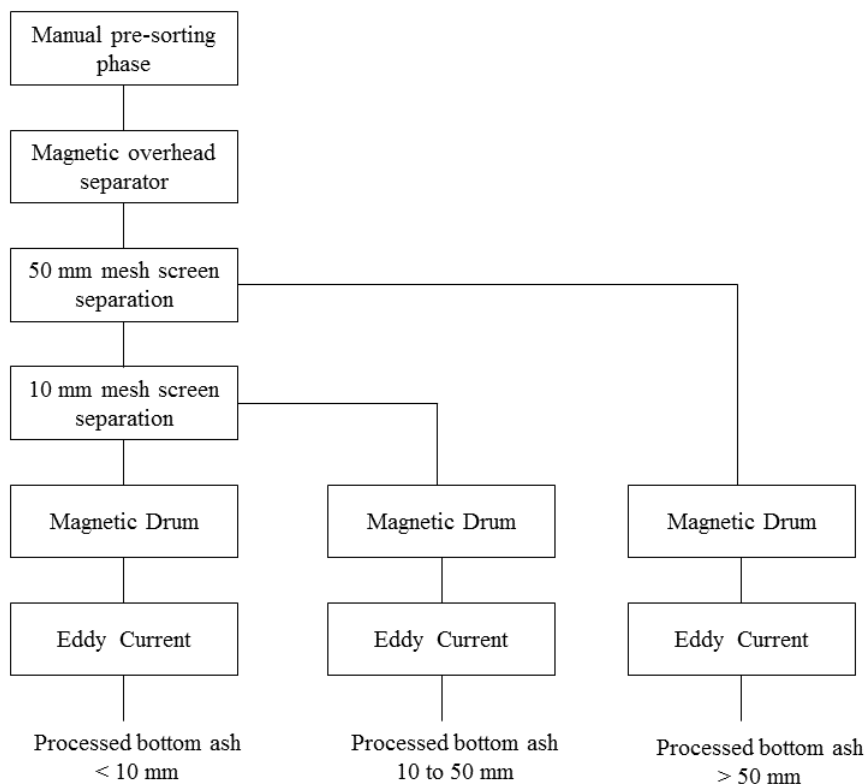


FIGURE 1.3 – Représentation schématique du procédé de séparation par voie sèche [16]

#### 1.2.1.3.2 Traitement des mâchefers en installation de maturation et d'élaboration

Les IME ont pour rôle de poursuivre le processus d'élaboration et de maturation des mâchefers d'incinération avant toute valorisation potentielle dans la construction. Ces installations sont également équipées de tambours magnétiques, de séparateurs à courants de Foucault pour enlever davantage les métaux ferreux et non-ferreux contenus dans les MIDND. Des aires de stockage sont prévues pour la maturation afin de réduire le potentiel polluant des mâchefers en métaux lourds. Dans la plupart des cas, la maturation des mâchefers d'incinération peut durer entre 2 et 4 mois, voire 12 mois [17]. Le matériau est alors exposé à l'air et aux pluies afin que ses composantes instables puissent évoluer vers des composés secondaires beaucoup plus stables par le principe de la carbonatation. La figure 1.4 présente l'aspect d'un mâchefer d'incinération élaboré qui a mûri pendant 4 mois.



FIGURE 1.4 – Mâchefer d'incinération élaboré après 4 mois de maturation en IME

### 1.3 Facteurs influençant la composition des mâchefers d'incinération

Les propriétés physico-chimiques et minéralogiques des mâchefers d'incinération en sortie d'UIOM et/ou d'IME peuvent être influencées par plusieurs paramètres à savoir : le tri sélectif des ordures ménagères en amont, le choix de l'incinérateur, le mode de refroidissement, le processus de maturation et surtout le type de séparateurs magnétiques utilisés.

#### 1.3.1 Collecte sélective des déchets ménagers

La collecte sélective permet de mettre en valeur les matériaux qui pourraient par ailleurs, avoir une seconde vie économique.

Une étude comparative réalisée sur la composition moyenne des ordures ménagères en France et dans un département pilote (Jura), où la collecte sélective a été réalisée a permis d'observer les différences majeures sur la composition des déchets à incinérer [18]. Nous observons une diminution des proportions de verres et de papiers/cartons qui chutent respectivement de 10% et 8% tandis que les composés tels que les textiles, combustibles et éléments fins augmentent en moyenne de 30%. En effet, cette diminution du taux d'incinération des matières qui peuvent avoir une seconde vie augmente le taux de matières qui ne peuvent bénéficier d'un recyclage [18]. La collecte sélective a entraîné l'évolution de la composition des déchets ménagers avant l'incinération et par conséquent les composants présents dans les mâchefers d'incinération.

De même, des études effectuées sur six UIOM en France ont montré une corrélation significative entre les caractéristiques des mâchefers d'incinération en sortie d'UIOM et la composition des déchets ménagers en amont [19]. Des différences sont observées dans la zone où un programme de collecte sélective des ordures ménagères a été réalisé avant l'incinération. Il met en exergue par exemple une baisse des proportions en silicium dans la composition des MIDND où la collecte sélective est pratiquée, conséquence de la réduction des importantes quantités de débris de verres dans les ordures ménagères [19].

### 1.3.2 Choix de l'incinérateur

Le mode de combustion des déchets ménagers peut également influencer les caractéristiques des MIDND en sortie d'usine. L'incinération est une technique délicate à maîtriser car elle fait référence à plusieurs paramètres essentiels [18, 20] :

- i) le stockage des déchets entrants ;
- ii) l'alimentation du four ;
- iii) la température de combustion ;
- iv) la combustion des déchets, avec apport d'oxygène ;
- v) le temps de séjour dans le four qui peut varier en fonction du type de déchets.

Actuellement, les principales techniques d'incinération des déchets les plus utilisées sont :

- i) la technologie des fours à grille ;
- ii) la technologie des fours tournants ;
- iii) la technologie des lits fluidisés.

#### 1.3.2.1 Technologie des fours à grille

Cette technique est la plus utilisée dans les usines d'incinération des ordures ménagères (OM). Dans le four à grille (Fig 1.5), les déchets sont introduits et brûlés pendant une durée de deux à trois heures à des températures comprises entre 750°C et 1000°C. On utilise une grille pour permettre le passage de l'air à travers la couche en ignition. Ces fours sont adaptés dans le cas d'une incinération de capacité moyenne ou grande (de 3t à 6t OM/h). Les technologies diffèrent selon la grille (grille fixe ou mobile), selon le mélange des déchets et l'injection de l'air pour parvenir à une meilleure combustion (injection latérale d'air...). Ces paramètres sont importants dans la production des cendres et des matières imbrulées [18].

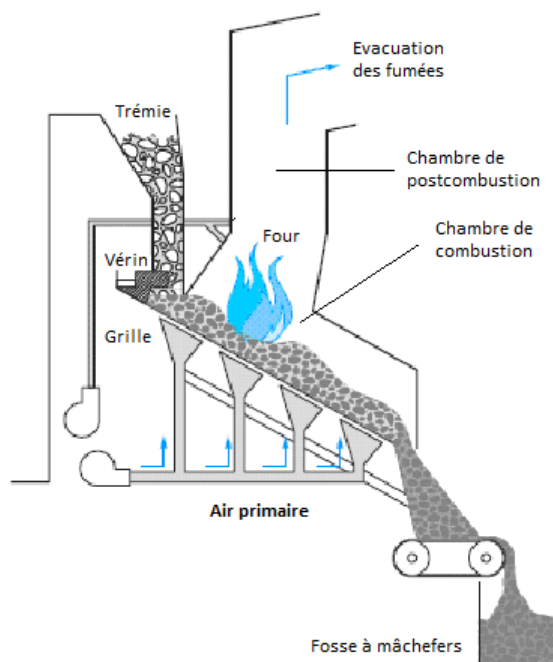


FIGURE 1.5 – Four à grille [21]

### 1.3.2.2 Technologie des fours tournants

Le four tournant se compose d'un cylindre légèrement incliné par rapport à une ligne horizontale. On les utilise notamment pour les déchets industriels car les métaux détérioreraient la grille en fondant. Les déchets sont donc introduits dans le four avec une aération longitudinale, ce qui permet d'optimiser les mélanges (déchets/air), à une température de 1200°C. L'extraction des mâchefers et des cendres se fait par gravitation, sous l'effet de la pente (Fig 1.6). L'introduction de l'air au travers du lit de déchets permet d'assurer la qualité de la combustion. Ces fours semblent mieux adaptés à des installations de moyennes capacités d'environ 3t/h et permettent de réduire le temps de séjour.

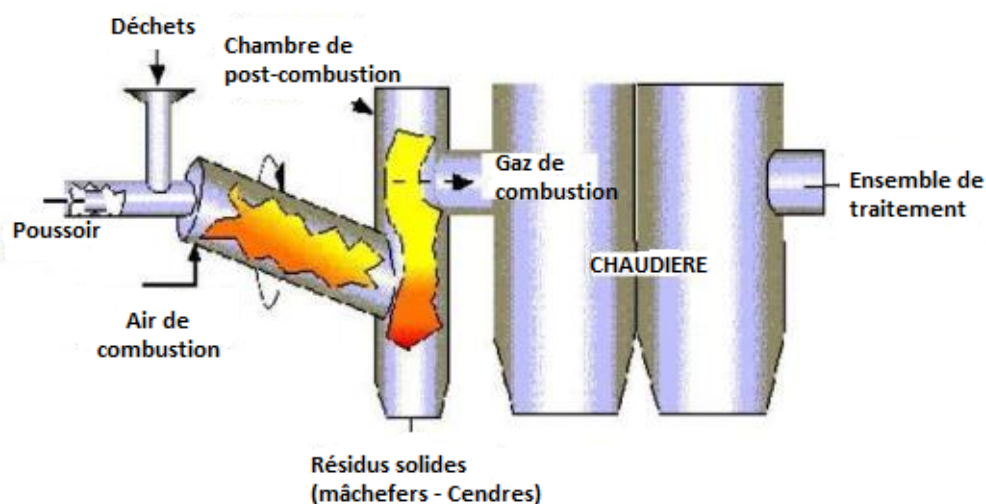


FIGURE 1.6 – Four tournant [18]

### 1.3.2.3 Technologie à lits fluidisés

Un four à lit fluidisé est une enceinte verticale fermée, de forme cylindrique, contenant un lit de sable très chaud dont la température se situe entre 750°C et 800°C (Fig. 1.7). Le principe de cette technique est d'effectuer la combustion des produits solides dans un lit de matériaux inertes mis en suspension par une injection d'air chaud. Il s'agit, le plus souvent, d'un mélange de sable auquel on ajoute une petite fraction de déchets (5%) qui forment la base du lit. L'ensemble est rendu fluide par injection d'air (vertical, horizontal, à la base ou en parois du four...). La technique du lit fluidisé a été mise au point pour brûler le charbon. Elle a été adaptée depuis quelques années au traitement des déchets ménagers [20]. Il existe trois types de technologies à lits fluidisés : les fours à lits fluidisés denses, les fours à lits fluidisés rotatifs et les fours à lits fluidisés circulants. Ces technologies se différencient par la manière et la vitesse à laquelle l'air est injectée dans le four. La technologie à lit fluidisé offre une meilleure combustion des déchets et par conséquent, permet d'obtenir un faible taux de matières imbrûlées [20].

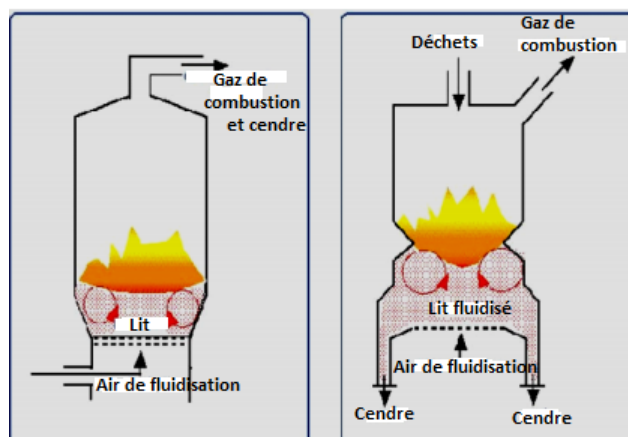


FIGURE 1.7 – Four à lit fluidisé [18]

A travers cette analyse, il ressort que la technique de combustion des déchets joue un rôle non négligeable dans les caractéristiques des MIDND. La présence ou non de la matière organique et des matières imbrûlées dans les mâchefers s'explique par le choix de la technologie d'incinération utilisée.

### 1.3.3 Mode de refroidissement

A la sortie de la chambre de combustion, les mâchefers sont refroidis soit à l'eau, soit à l'air. Le processus de refroidissement à l'eau est celui le plus utilisé dans les usines d'incinération d'ordures ménagères. De récentes études ont montré que le refroidissement à l'air des MIDND pouvait aussi être avantageux bien que ce procédé génère énormément de poussières qui nécessitent un traitement spécial. Ce mode de refroidissement est beaucoup plus utilisé au Japon, même si on le retrouve dans certaines usines d'incinération en Europe, notamment en Suisse (usine d'incinération KEZO) [22]. Il permet de :

- i) augmenter la récupération au maximum, des métaux ferreux et non-ferreux, respectivement de 45% et 50% par rapport au processus de refroidissement à l'eau [22] ;
- ii) limiter l'activation des réactions chimiques qui sont inévitables en présence de l'eau [22] ;
- iii) réduire significativement les concentrations de lixiviats dans les centres de décharges [22] ;
- iv) avoir de faibles concentrations en COT dans les mâchefers [22] ;
- v) limiter le coût de transport des mâchefers en raison du poids (20% en moins dû à l'absence d'eau) [22].

Le tableau 1.1 présente une étude comparative entre les deux systèmes de refroidissement des MIDND en sortie de l'incinérateur.

Tableau 1.1 – Etude comparative des modes de refroidissement des MIDND [22]

Critères	Refroidissement à eau	Refroidissement à air
Processus de refroidissement	Rapide	Lent
Réactions chimiques avec l'eau	Oui	Non
Perte de métaux due à l'oxydation	Oui	Non
Poids des MIDND	15% à 20% en plus	15% à 20% en moins
Emissions de poussières	Faible	Élevé
Adhérence de la matière minérale sur les métaux	Élevé	Très faible
Corrosion des métaux	Modéré	Non

### 1.3.4 Maturation

La maturation est un processus dans l'élaboration des mâchefers d'incinération qui permet de réduire le potentiel de pollution d'un matériau dans son environnement. Les composés thermodynamiquement instables évoluent vers des composés secondaires plus stables en présence du dioxyde de carbone. Cette opération peut s'effectuer de manière classique c'est à dire une exposition à l'air de 1 à 12 mois, période durant laquelle la carbonatation de la chaux par le dioxyde de carbone atmosphérique a lieu. Elle peut également s'effectuer sous un environnement contrôlé (carbonatation accélérée).

Durant la maturation, la carbonatation classique (conditions atmosphériques) se réalise sur plusieurs mois et la stabilisation totale n'est pas possible [16]. Cette réaction peut être améliorée en augmentant le taux de dioxyde de carbone dans l'environnement où sont exposés les mâchefers d'incinération. Cette solution n'est pas la plus économique car elle va entraîner des coûts supplémentaires (pompe, construction de la chambre). Néanmoins, les fumées sortant de l'incinérateur pourraient être utilisées comme une source de dioxyde de carbone pour diminuer ce surplus de coût. Ce système présente un double avantage car il va permettre de traiter les fumées en diminuant la teneur en dioxyde de carbone, tout en améliorant la qualité des mâchefers d'incinération dans un délai relativement court [16]. Les travaux de Arickx et al. [23] montrent que la carbonatation accélérée sur la fraction fine (0-2 mm) des MIDND a permis de diminuer considérablement en quelques semaines, les concentrations des lixiviats de certains composés comme le cuivre, comparativement à la maturation naturelle où les valeurs restaient relativement très élevées.

Au regard de cette analyse, on observe que les procédés pré, pendant et post incinération jouent un rôle important dans la composition physico-chimique et minéralogique des mâchefers d'incinération. La maturation est l'une des étapes les plus importantes dans le processus d'élaboration des mâchefers d'incinération sur le plan du lessivage des métaux lourds dans l'environnement.



## 1.4 Caractéristiques des mâchefers d'incinération

### 1.4.1 Propriétés physiques et géotechniques

Les mâchefers se présentent sous la forme de scories hétérogènes, gris sombres, avec la présence de particules ferreuses et non ferreuses et des matières imbrûlées (Fig 1.4). Le choix des séparateurs magnétiques (enlèvement des métaux ferreux et non ferreux) a un impact sur les caractéristiques physiques des mâchefers élaborés. Le tableau 1.2 présente les caractéristiques physiques et géotechniques des mâchefers d'incinération provenant de différentes usines d'incinération en Europe.

Tableau 1.2 – Caractéristiques physiques et géotechniques des mâchefers d'incinération

Propriétés	France	Pays-Bas	Danemark	Italie	Espagne
Distribution Granulaire (mm)	(0/31.5) (0/20) [15]		bien gradué (0/50) [3]		bien gradué (0/40) [3]
Passants 0.075 mm (%)	4 à 12 [15]	0.6 - 3.2 [6]	8 à 9 [3]		16 [3]
Perte au feu (550 ° C)			1.7 - 2.4 [3]	2.9 - 8.5 [24]	2 - 9 [3]
Densité spécifique	2.5 [10]	2.5 - 2.8 [6]	2.7 [3]	2.4 - 2.5 [24]	2.5 [3] 2.2 - 2.5 [25]
Densité apparente	1.1 - 1.2 [10]	2.2 - 2.4 [6]		1.1 - 1.4 [24]	1.6 - 2.3 [25]
Los Angeles (%)	35 à 50 [15]		45 - 47 [3]		40 - 42 [3]
Absorption fraction > 4-5 mm (%)	10 [10]	4.8 [6]	5.6 - 7.7 [3]		3.5 - 6.2 [3] 2.7 [25]
Absorption fraction < 4-5 mm (%)	15 [10]	5.6 - 7 [6]	12.3 - 16.1 [3]		15.8 [25]
Densité sèche OPN	1.4 - 1.8 [15]		1.8 [3]		1.6 [3]
Teneur en eau OPN (%)	15 - 22 [15]		15 [3]		16 [3]

Ces valeurs montrent que les mâchefers possèdent des caractéristiques semblables à celles des agrégats naturels (sable et gravier) malgré que dans certains cas, les coefficients d'absorption et les valeurs des pertes au feu soient supérieurs.

Les valeurs de pertes au feu élevées s'expliquent par la présence de la matière organique qui ne s'est pas complètement consommée pendant l'incinération. La question sur le choix du four, la

température de combustion et la durée de l'incinération peut évidemment se poser. Cependant, les fours présents dans les nouvelles usines d'incinération permettent d'obtenir des pertes au feu en moyenne de 2% [3], qui sont inférieures à la valeur recommandée par la réglementation française et néerlandaise pour que les mâchefers soient valorisables (5%) [6, 17].

Le mâchefer d'incinération est un matériau assez poreux et qui contient des particules fines, d'où des coefficients d'absorption en eau beaucoup plus élevés que dans les sables et les graviers naturels. Cette propriété devrait être prise en compte dans les formulations des matériaux cimentaires afin d'estimer le dosage en eau nécessaire pour une bonne hydratation du ciment.

Au regard de ces caractéristiques physiques et géotechniques, le matériau se présente potentiellement comme une ressource alternative aux matériaux granulaires naturels non renouvelables dans les travaux de construction, aussi bien que la proportion en matières organiques reste inférieure à la valeur normative ( $< 5\%$ ).

## 1.4.2 Propriétés chimiques

Les caractéristiques chimiques des mâchefers d'incinération sont liées à la composition des ordures ménagères entrants dans l'usine d'incinération [19].

### 1.4.2.1 Composition élémentaire

La composition élémentaire des mâchefers est un paramètre important dans la compréhension du comportement chimique du matériau. Le tableau 1.3 présente la composition élémentaire moyenne d'un mâchefer en mettant en exergue les éléments majoritaires ( $> 10\ 000$  mg/kg), les éléments minoritaires ( $1\ 000$  mg/kg  $< < 10\ 000$  mg/kg) et les éléments traces ( $< 1\ 000$  mg/kg).

Tableau 1.3 – Composition élémentaire moyenne d'un mâchefer [10, 18]

Éléments majoritaires	Éléments minoritaires	Éléments traces	
O : oxygène	Mg : magnésium	Sn : étain	Co : cobalt
Si : silicium	Ti : titane	Sb : antimoine	Ce : cérium
Fe : fer	Cl : chlore	V : vanadium	Ag : argent
Ca : calcium	Mn : manganèse	Mo : molybdène	Hg : mercure
Al : aluminium	Ba : baryum	As : arsenic	B : bore
Na : sodium	Zn : zinc	Se : sélénium	Br : brome
K : potassium	Cu : cuivre	Sr : strontium	F : fluor
C : carbone	Pb : plomb	Ni : nickel	I : iode
	Cr : chrome		

Bien que les proportions des composés majoritaires dans les mâchefers puissent varier d'une usine d'incinération à une autre, les principaux éléments majoritaires qui représentent la quasi totalité de la composition chimique élémentaire sont le silicium, le calcium, l'aluminium, le fer,

le magnésium, le sodium et le potassium [3, 19]. Le tableau 1.4 expose une liste non exhaustive des proportions des constituants chimiques majeurs en pourcentages massiques, présents dans les mâchefers issus de plusieurs usines d'incinération en Europe.

Tableau 1.4 – Constituants chimiques majeurs dans les mâchefers d'incinération [3]

Constituants	Proportions massiques (%)
Silicium	16.8 - 27.4
Calcium	5.12 - 10.3
Fer	2.11 - 11.5
Magnésium	0.19 - 1.18
Potassium	0.72 - 1.16
Aluminium	3.44 - 6.48
Sodium	2.02 - 4.80

#### 1.4.2.2 Composition minéralogique

L'analyse minéralogique du mâchefer d'incinération permet la compréhension de son comportement, tant du point de vue de l'évolution de la solubilité des éléments qui le composent que du point de vue de l'évolution des propriétés mécaniques. L'étude minéralogique des MIDND montre qu'ils sont généralement constitués de trois types de minéraux :

- i) les minéraux présents dans les déchets incinérés et non modifiés par l'incinération ;
- ii) les minéraux formés pendant l'incinération ;
- iii) les minéraux qui se forment dès la sortie du four, pendant le refroidissement et/ou se développent durant la phase de maturation.

Le tableau 1.5 présente les principales espèces minérales identifiées au cours de plusieurs études effectuées sur les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux.

Dans la plupart des cas, les phases minérales prépondérantes retrouvées dans les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux sont [25, 26, 27, 28] :

- i) le quartz ( $\text{SiO}_2$ ) ;
- ii) la chaux ( $\text{CaO}$ ) ;
- iii) le corindon ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )
- iv) l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )
- v) l'oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ )

La présence de l'oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) peut s'expliquer par les importantes quantités de débris de verres présents dans les mâchefers d'incinération [28]. Cette tendance reflète une certaine légèreté dans le tri des déchets domestiques de la part des ménages.

Tableau 1.5 – Principales espèces minérales identifiées dans les mâchefers [10, 18]

Famille	Espèce minérale	Formule chimique	Formation
Silicates	Alite	$\text{Ca}_3\text{SiO}_5$	Au sein du four
	Clinopyroxène	$\text{Ca}(\text{Fe},\text{Mg},\text{Al})(\text{Si},\text{Al})_2\text{O}_6$	
	Géhlénite/akermanite	$(\text{Ca},\text{Na})_2(\text{Al},\text{Mg})(\text{Si},\text{Al})_2\text{O}_7$	
	Larnite	$\text{Ca}_2\text{SiO}_4$	
	Mullite	$\text{Al}_2\text{SiO}_5$	
	Olivine Ca	$(\text{Fe},\text{Mg},\text{Ca})\text{Si}_2\text{O}_4$	
	Plagioclase	$(\text{Ca},\text{Na})(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_8$	
	Pseudowollastonite	$\text{CaSiO}_3$	
	Quartz	$\text{SiO}_2$	
	Talc	$\text{Mg}_3(\text{OH})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}$	
Oxydes	Corindon	$\text{Al}_2\text{O}_3$	Au sein du four
	Hématite	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	
	Hercynite	$\text{FeAl}_2\text{O}_4$	
	Magnétite	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	
	Rutile	$\text{TiO}_2$	
	Spinelle	$\text{MgAl}_2\text{O}_4$	
	Wüstite	$\text{FeO}$	
	Zincite	$\text{ZnO}$	
Hydroxydes	Portlandite	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	Trempe (sortie du four)
	Boehmite-Bayerite-Gibbsite	$\text{Al}(\text{OH})_3$	
	Goethite	$\text{FeO}(\text{OH})$	
Carbonates	Calcite	$\text{CaCO}_3$	Sortie du four
	Siderite	$\text{FeCO}_3$	
Chlorures	Halite	$\text{NaCl}$	
	Nantokite	$\text{CuCl}$	
	Sylvite	$\text{KCl}$	
Sulfates	Anhydrite	$\text{CaSO}_4$	Au sein du four
	Gypse	$\text{Ca}(\text{SO}_4)2\text{H}_2\text{O}$	Trempe
Phosphates	Apatite	$\text{Ca}(\text{PO}_4)_3(\text{OH},\text{F},\text{Cl})$	
Sulphures	Pyrrhotite	$\text{FeS}$	Au sein du four
Métaux	Aluminium métal	$\text{Al}^0$	Fragments résiduels
	Cuivre métal	$\text{Cu}^0$	Fragments résiduels
	Fer métal	$\text{Fe}^0$	
	Graphite	$\text{C}$	
Autres	Verres néoformés	$(\text{Si}, \text{Na}, \text{Ca}, \text{Al}, \pm \text{Fe})$	

### 1.4.3 Propriétés environnementales

Le potentiel polluant des mâchefers d'incinération est un facteur primordial pour statuer sur son utilisation ainsi que sur sa mise en stockage dans les sites appropriés. Les réglementations sur la caractérisation environnementale des MIDND ont évolué dans plusieurs pays afin de limiter leur impact sur l'environnement. Chaque pays a défini un cadre réglementaire et législatif sur la gestion des mâchefers dans l'optique d'identifier les matériaux valorisables et ceux non valorisables. Cette partie fera l'objet d'une étude approfondie dans les prochains paragraphes.

## 1.5 Cadre réglementaire et législatif sur la gestion des mâchefers

Actuellement, le recyclage des mâchefers d'incinération dans le secteur de la construction reste une priorité pour l'ensemble des états européens afin de réduire l'utilisation des ressources naturelles non renouvelables. Les pays producteurs de ces matériaux granulaires ont établi tour à tour des normes et réglementations régissant la gestion des mâchefers à l'intérieur de leurs frontières respectives. Cependant, la non uniformité de ces normes parfois à l'intérieur d'un territoire, est un frein à la valorisation de ces matériaux. Le matériau peut être considéré comme valorisable dans une région et non valorisable dans une autre, à cause des valeurs seuils admissibles divergentes sur les essais de lixiviation. Bien que certains pays européens essaient d'uniformiser la législation sur la gestion des mâchefers, il reste néanmoins des efforts supplémentaires à faire dans l'optique d'impulser une réelle dynamique sur la valorisation des mâchefers en tant que matériaux de construction à part entière.

### 1.5.1 Législation sur la gestion des mâchefers dans l'Union Européenne

Il n'existe pas encore de législation sur le recyclage des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux au sein de la communauté des États membres de la zone Europe [3, 6]. Cependant, la législation de l'Union Européenne a établi une directive cadre sur les déchets (2008/98/EC 2008) dans laquelle les exigences de mise en décharge des mâchefers sont proposées, en se référant sur les tests de lixiviation et leurs valeurs limites admissibles [6].

Les mâchefers d'incinération sont classés dans la catégorie "déchets" selon la directive 2001/118/EC/(2001/118/EC 2001). Les États membres ont développé chacun leur protocole expérimental pour réaliser les essais de lixiviation, et défini les valeurs limites admissibles pour une potentielle valorisation dans la construction et la mise en décharge de ces sous-produits. Par ailleurs, la directive européenne a établi les critères d'évaluation et les procédures d'admissibilité pour recevoir ces déchets dans les lieux de décharges appropriés. Elle classe les déchets (matières granulaires) en trois catégories : les déchets inertes, les déchets non dangereux et les déchets dangereux. Le tableau 1.6 présente les valeurs limites admissibles pour chacune des catégories de déchets évoqués. Dans l'optique de fournir le même niveau de sécurité sur le plan environnemental, les États membres sont supposés chacun, établir les critères pour les matériaux monolithiques comme dans le cas des matériaux granulaires.

L'Union Européenne laisse le choix à chacun de ses États membres de réaliser les tests de lixiviation selon les normes suivantes : EN 12457/1 2002 ; EN 12457/2 2002 ; EN 12457/3 2002 ; EN 12457/4 2002, avec un rapport L/S variant de 1 à 10 l/kg et selon la norme prEN 14405

pour le test de percolation avec un rapport  $L/S=0.1$  l/kg [6].

Ces essais de lixiviation peuvent s'effectuer selon deux procédés : soit par le test en colonne, soit par le test rotatif ou alors une combinaison des deux. Le tableau 1.7 présente les procédures expérimentales dans la réalisation des essais de lixiviation dans quelques pays.

Tableau 1.6 – Valeurs seuils des lixiviats pour les catégories de déchets selon l'Union Européenne [6]

Substance	Déchets inertes			Déchets non dangereux			Déchets dangereux		
	L/S=2 (mg/kg)	L/S=10 (mg/kg)	L/S=0.1 (mg/l)	L/S=2 (mg/kg)	L/S=10 (mg/kg)	L/S=0.1 (mg/l)	L/S=2 (mg/kg)	L/S=10 (mg/kg)	L/S=0.1 (mg/l)
Arsenic	0.1	0.5	0.06	0.4	2	0.3	6	25	3
Baryum	7	20	4	30	100	20	100	300	60
Cadmium	0.03	0.04	0.02	0.6	1	0.3	3	5	1.7
Chrome total	0.2	0.5	0.1	4	10	2.5	25	70	15
Cuivre	0.9	2	0.6	25	50	30	50	100	60
Mercure	0.003	0.01	0.002	0.05	0.2	0.03	0.5	2	0.3
Molybdène	0.3	0.5	0.2	5	10	3.5	20	30	10
Nickel	0.2	0.4	0.12	5	10	3	20	40	12
Plomb	0.2	0.5	0.15	5	10	3	25	50	15
Antimoine	0.02	0.06	0.1	0.2	0.7	0.15	2	5	1
Sélénium	0.06	0.1	0.04	0.3	0.5	0.2	4	7	3
Zinc	2	4	1.2	25	50	15	90	200	60
Chlorures	550	800	460	10000	15000	8500	17000	25000	15000
Fluorures	4	10	2.5	60	150	40	200	500	120
Sulfates	560	1000	1500	10000	20000	7000	25000	50000	17000

Tableau 1.7 – Normes expérimentales des essais de lixiviation dans quelques pays [3]

Pays	Normes du test	Protocole	L/S	Autres conditions
Autriche	EN 12457-4	Rotation	10	-
République Tchèque (2002)	Caractéristiques de la lixiviation des déchets selon l'arrêté du ministère de l'environnement No 383/2001	Rotation	10	Rotation autour d'un axe avec une vitesse de 5-10 rpm pendant 24 h à 15 - 20 ° C.
Danemark	CEN prEN 12457-3	Rotation	2	Rotation autour d'un axe, avec une vitesse de 5-10 rpm pendant 6 h à 22 ° C (15 - 25 ° C)
Finlande	prCEN/TS14405 (caractérisation basique)	Percolation	10	Présenté dans le guide national pour l'évaluation des déchets avant l'enfouissement
	CEN EN 12457-3	Rotation		
France	NF EN 12457-2	Rotation	10	Rotation autour d'un axe, avec une vitesse de 5-10 rpm pendant 24 h
Allemagne	DIN 38414 S4 DIN EN 12457-4, seulement pour la production des lixiviats	Rotation	10	L/S 10, 24 h
Italie	Décret du 5 Février 1998 pour la valorisation EN 12457- pour l'enfouissement	Rotation séquentielle	5	Retrait des éluats après 2, 8, 24, 48, 72, 102, 168, et 384 h ; pH <> 5.5-12 ; L/S 10, 24 h
			10	
Pays-Bas	NEN 7384 (ou NEN 7373)	Colonne	10 (0.1-10)	Cf. § 1.5.1.2.1, page 30
Espagne	DIN 38414-S4 (norme catalane)	Rotation	10	24 h
Suède	Pas de test officiel mais la norme EN 12457 est normalement appliquée	Rotation	2 et 10	Série de test L/S=2 + L/S =8
Suisse	TVA analyse des éluats	Rotation	10	Série de test avec L/S = 10 ; pH constant 5-6

### 1.5.1.1 Cas de la France

La France fait partie des plus grands producteurs de mâchefers d'incinération de déchets non dangereux en Europe (en moyenne 3 millions de tonne en 2010, soit 20 à 25% du tonnage incinéré) [2]. Une étude réalisée par AMORCE auprès des responsables des UIOM et IME en 2012, a permis de répertorier 127 usines d'installation d'incinération des ordures ménagères et 71 plateformes de maturation et d'élaboration en activité, réparties dans les différents départements du territoire français (Annexe A, page 197) [29]. Avant le 1er juillet 2012, les mâchefers d'incinération de



déchets non dangereux pouvaient être utilisés en technique routière s'ils vérifiaient les seuils fixés dans la circulaire du 9 mai 1994 [17]. Cette circulaire définissait trois catégories de mâchefers :

- i) Les mâchefers à faible fraction lixiviable, dits mâchefers de type "V" (valorisables), utilisables en technique routière pour les sous-couches de structures routières ou de parking et les remblais de trois mètres de hauteur maximum ;
- ii) Les mâchefers intermédiaires, dits de type "M" (qui doivent être maturés avant de pouvoir être considérés comme valorisables) ;
- iii) Les mâchefers avec une forte fraction lixiviable, dits de catégorie "S" (qui doivent être éliminés dans une installation de stockage de déchets non dangereux) [17].

Suite aux engagements du Grenelle visant à renforcer le cadre de la valorisation des mâchefers et à apporter des garanties d'acceptabilité environnementale en réponse aux objections des associations environnementales, une nouvelle réglementation concernant les mâchefers a été mise en place [2]. Cette réglementation s'appuie sur :

- i) un décret (Décret n° 2011-767 du 28 juin 2011) et un arrêté (Arrêté du 25 juillet 2011) qui précisent les conditions dans lesquelles les mâchefers sont considérés comme non valorisables et doivent donc être envoyés en installation de stockage de déchets non dangereux (ISDND) sans payer de TGAP (taxe générale sur les activités polluantes) ;
- ii) l'arrêté du 18 novembre 2011 relatif au recyclage des MIDND, qui fixe les conditions dans lesquelles les mâchefers peuvent être valorisés en technique routière, remplaçant la circulaire de 1994 à partir du 1<sup>er</sup> juillet 2012, ainsi qu'un guide d'application [30].

Ces nouveaux textes s'appuient sur un guide SETRA (Service d'Etudes sur les Transports, les Routes et leurs Aménagements) publié en mars 2011 sur "l'Acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs en technique routière" [30].

L'arrêté du 18 novembre 2011, en remplacement de la Circulaire du 9 mai 1994, a introduit des contraintes supplémentaires telles que la restriction des utilisations possibles, l'ajout de nouveaux paramètres à analyser et le durcissement des seuils à respecter. D'après cet arrêté, les usages autorisés sont les usages au sein d'ouvrages routiers revêtus ou recouverts des types 1 et 2 définis ci-après [4].

#### **1.5.1.1.1 Usages routiers de type 1**

Les usages routiers de type 1 sont les usages d'au plus trois mètres de hauteur en sous-couche de chaussée ou d'accotement d'ouvrages routiers revêtus.

#### **1.5.1.1.2 Usages routiers de type 2**

Les usages routiers de type 2 sont les usages d'au plus six mètres de hauteur en remblai technique connexe à l'infrastructure routière ou en accotement, dès lors qu'il s'agit d'usages au sein d'ouvrages routiers recouverts. Les usages de plus de trois mètres et d'au plus six mètres de hauteur en sous-couche de chaussée ou d'accotement, relèvent également des usages routiers de types 2 [4].

Les tableaux 1.8 et 1.9 précisent les valeurs seuils à respecter dans l'optique de valoriser les mâchefers en techniques routières.

Tableau 1.8 – Valeurs limites pour les teneurs intrinsèques en éléments polluants [2, 4]

Paramètre	Valeur limite à respecter	
	V1	V2
Teneur intrinsèque en éléments polluants	Usages routiers de type 1 ou scénario revêtu	Usages routiers de type 2 ou scénario recouvert
COT (carbone organique total)	30 g/kg de matière sèche	
BTEX (benzène, toluène, éthylbenzène et xylènes)	6 mg/kg de matière sèche	
PCB (polychlorobiphényles 7 congénères : 28, 52, 101, 118, 138, 153 et 180)	1 mg/kg de matière sèche	
Hydrocarbures (C10 à C40)	500 mg/kg de matière sèche	
HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques)	50 mg/kg de matière sèche	
Dioxines et furannes	10 ng I-TEQ <sub>OMS 2005</sub> /kg de matière sèche	
Calcul de l'I-TEQ avec une concentration égale à zéro pour tout congénère de concentration inférieure à la limite de quantification (LQ)		

Les mâchefers produits sont soit valorisés, soit dirigés dans les installations de stockage de déchets non dangereux (ISDND). L'étude réalisée en 2012 auprès des exploitants d'UIOM et IME a permis d'identifier le tonnage des matériaux valorisés et non valorisés ainsi que les différentes filières de valorisation dans la construction. Certaines installations n'ont pas répondu ou n'ont répondu que partiellement à l'ensemble du questionnaire [2]. Les installations ayant répondu correctement aux questionnaires ont permis d'élaborer les données statistiques sur les quantités de MIDND valorisables et non valorisables (Fig 1.8), ainsi que les différentes pistes de recyclage de ces matériaux dans la construction (Fig 1.9).

Tableau 1.9 – Valeurs limites à respecter pour le comportement à la lixiviation [2, 4]

Paramètre	Valeur limite à respecter exprimée en mg/kg de matière sèche	
	V1 Usages routiers de type 1 ou scénario revêtu	V2 Usages routiers de type 2 ou scénario recouvert
Arsenic		0.6
Baryum	56	28
Cadmium		0.05
Chrome total	2	1
Cuivre		50
Mercure		0.01
Molybdène	5.6	2.8
Nickel		0.5
Plomb	1.6	1
Antimoine	0.7	0.6
Sélénium		0.1
Zinc		50
Fluorures	60	30
Chlorures*	10000	5000
Sulfates*	10000	5000
Fraction solubles*	20000	10000

(\*) Concernant les chlorures, les sulfates et la fraction soluble, il convient pour être acceptable de respecter soit les valeurs associées aux chlorures et aux sulfates, soit les valeurs associées à la fraction soluble.

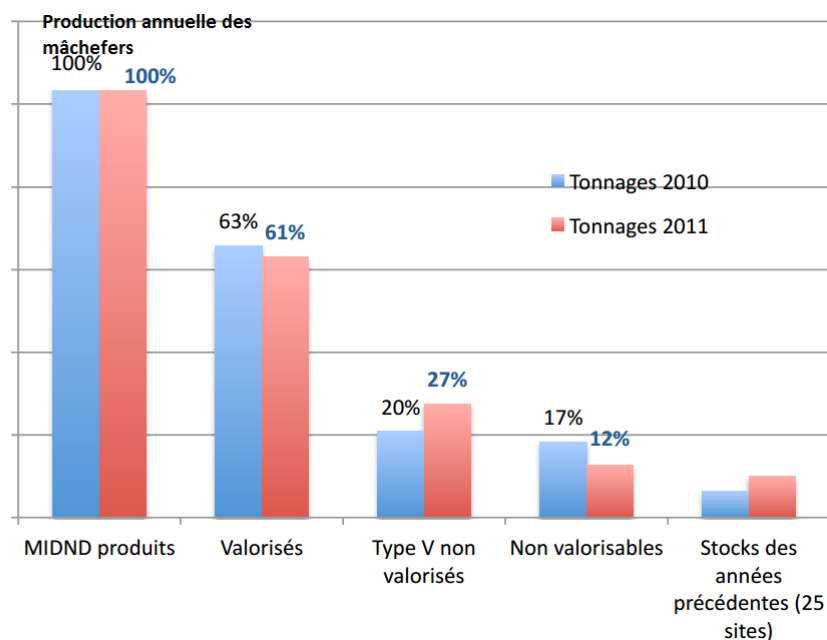


FIGURE 1.8 – Quantité de MIDND produits, valorisés et non valorisés, en 2010 et 2011 [2]

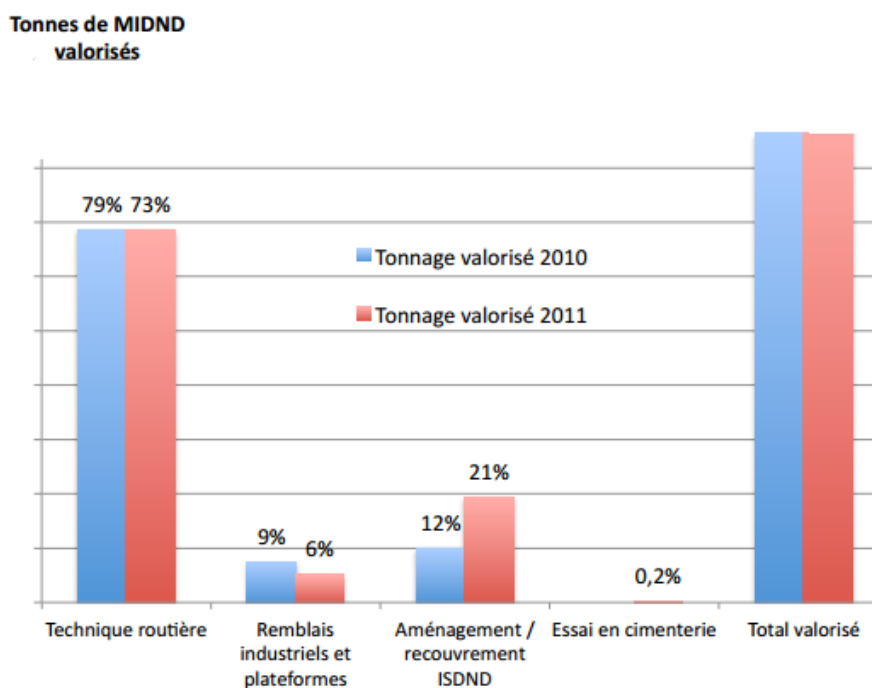


FIGURE 1.9 – Répartition des modes de valorisation des mâchefers élaborés par 56 UIOM en 2010 et 2011 [2]

Les entités en charge de la valorisation des MIDND n'opèrent pas toutes de la même façon pour les écouler. Certains exploitants d'usines d'incinération ou collectivités qui gèrent ces mâchefers :

- i) donnent gratuitement les MIDND aux sociétés de travaux publics ;
- ii) vendent les MIDND à raison de 2 euros HT /tonne en moyenne ;

iii) paient les sociétés de travaux publics pour s'en débarrasser (en moyenne 10,15 euros HT/tonne).

Les mâchefers d'incinération valorisés sur toute la production annuelle sont estimés en moyenne à 60 %. Cependant, on note également des MIDND valorisables mais non valorisés à cause d'une absence de plusieurs filières de valorisation. Ils sont destinés à être stockés sur site en attendant un chantier (en cas de place disponible dans l'installation), ou à être enfouis en ISDND [2]. Les installations ayant répondu aux questionnaires ont mentionné qu'en 2010, 208 426 tonnes de mâchefers valorisables n'ont pas été valorisés (soit 20 %) et en 2011, environ 27 % (soit 275 157 tonnes) de mâchefers valorisables n'ont pas été valorisés [2].

A travers la figure 1.9, il ressort que les mâchefers d'incinération sont beaucoup plus valorisés dans les constructions routières. On note également une très faible proportion du recyclage des MIDND dans la filière cimenterie (0.2%). Par ailleurs, aucune statistique ne fait mention de l'usage des MIDND dans la fabrication des mortiers/bétons.

#### 1.5.1.1.3 Mise en décharge

La seule issue pour les MIDND valorisables mais non valorisés par manque de débouchés ou non valorisables à cause de leurs caractéristiques, est l'enfouissement en ISDND. Avant la publication du décret du 28 juin 2011 et de l'arrêté du 25 juillet 2011, tous les mâchefers enfouis étaient assujettis à une TGAP. Depuis la publication de ces textes, les MIDND non valorisables sont exonérés de cette taxe. Le coût d'enfouissement (sans le transport, ni la TGAP) est très variable (entre 27 et 150 euros HT/tonne), indiqué par quelques opérateurs (soit 66 euros HT /tonne en moyenne) [2].

Quant à la TGAP payée pour les MIDND valorisables, le prix varie en fonction des paramètres fixés dans la circulaire des douanes du 28 mars 2012, allant ainsi de 11 à 20 euros par tonne.

En additionnant le coût de l'enfouissement, du transport et la TGAP, le coût d'élimination des MIDND en ISDND revient en moyenne à plus de 90 euros la tonne. En comparaison du prix moyen de 10,15 euros/tonne pour l'évacuation de mâchefers valorisables lorsque les entités paient les sociétés de travaux publics, le surcoût de l'enfouissement est très important. Cela représente un enjeu économique conséquent pour les collectivités [2].

#### 1.5.1.1.4 Difficultés rencontrées par les exploitants UIOM

Les exploitants des UIOM et collectivités rencontrent de nombreuses difficultés pour valoriser les MIDND. Ils essaient de remédier à ces blocages en mettant en œuvre différentes actions notamment des campagnes de sensibilisation des acteurs publics et privés des travaux publics. Les principales difficultés identifiées sont [2] :

- i) le problème de l'image du produit en tant que "déchet" et non pas "produit" (notion d'acceptabilité sociétale) ;
- ii) la concurrence importante de graves naturelles ou de laitiers ;
- iii) la nouvelle réglementation qui limite les débouchés et impose des critères de qualité de plus en plus contraignants ;
- iv) l'opposition des associations de protection de l'environnement au recyclage des mâchefers ;
- v) les restrictions environnementales d'utilisation, en particulier celles concernant la présence d'eau (nappes phréatiques).

### 1.5.1.2 Cas des Pays-Bas

La norme régissant la gestion des déchets aux Pays-Bas est encadrée par la loi sur la gestion de l'environnement. Seuls les déchets ne pouvant pas être recyclés ou incinérés sont dirigés vers des centres de stockage [6].

Pour éviter les problèmes environnementaux que peuvent causer les déchets (contamination des eaux de surface par lessivage et des nappes d'eaux souterraines), plusieurs exigences environnementales ont vu le jour aux Pays-Bas. La première réglementation sur la qualité des matériaux est introduite dans la « Building Materials Decree » (BMD) de 1995-1999, qui par la suite a été remplacée en 2007 par la « Soil Quality Decree » (SQD). Ces deux réglementations se réfèrent aux principes de la « Soil Protection Law (WBB 1986) », la Waste Disposal Act (1993/31/EU 1993) et la Surface Water Protection Law (WVO 1969) [6]. La SQD impose certaines règles (valeurs limites des lixiviats, la composition physico-chimique des matériaux) en général pour des applications sur les matériaux de construction, les matériaux type "sols" et dragués afin de limiter leur effet sur le sol et les eaux de surface. Le tableau 1.10 présente les valeurs seuils de la lixiviation pour les réglementations de la BMD et la SQD.

Lorsque les matériaux vérifient les valeurs limites de la catégorie N1, aucune précaution d'isolation n'est prescrite pour prévenir tout contact avec l'eau. Par contre, lorsque les valeurs de lixiviation des matériaux dépassent les valeurs limites de la catégorie N1, mais vérifient plutôt celles de la catégorie N2, le déchet est recyclé comme un matériau de la catégorie N2 à condition que les mesures d'isolation soient prises.

Pour les monolithes, la SQD préconise l'application de la norme NEN 7375 du test de diffusion tandis que pour les matériaux granulaires, elle recommande la norme NEN 7373 (NEN 7373 2004) ou NEN 7383 du test en colonne [6].

Tableau 1.10 – Valeurs limites des lixiviats selon la BMD et la SQD [6]

Substance	BMD (1998)		SQD (2007)		
	N1	N2	Matériaux monolithiques (E <sub>64d</sub> ) (mg/m <sup>2</sup> )	Matériaux granulaires (mg/kg)	IBC (mg/kg)
Cu	0.72	3.3	98	0.9	10
Mo	0.28	0.84	144	1	15
Sb	0.045	0.41	8.7	0.16	0.7
Br	4.4	44	670	20	34
As	0.88	7	260	0.9	2
Ba	5.50	55	1500	22	100
Cd	0.032	0.061	3.8	0.04	0.06
Cl	600	8790	110000	616	8800
Cr	1.3	12	120	0.63	7
Co	0.42	2.3	60	0.54	2.4
F	13	96	2500	55	1500
Hg	0.018	0.075	1.4	0.02	0.08
Pb	1.9	8.1	400	2.3	8.3
Ni	1.1	3.5	81	0.44	2.1
Se	0.044	0.094	4.8	0.15	3
SO <sub>4</sub>	750	22000	165000	1730	20000
Sn	0.27	2.3	50	0.4	2.3
V	1.6	32	320	1.8	20
Zn	3.8	14	800	4.5	14

IBC : Applications nécessitant des mesures d'isolation, de protection.

#### 1.5.1.2.1 Test en colonne

Ce test est préconisé pour les applications relatives aux matériaux granulaires. Le matériau, dont les grains sont préalablement broyés à un diamètre inférieur à 4 mm, est mis dans un moule dont le diamètre intérieur est de 5 cm et la longueur de 20 cm. L'eau déminéralisée pénètre dans la colonne de manière ascendante avec une vitesse d'infiltration de 2 cm/h. Les éluats sont collectés dans différentes fractions en fonction du rapport L/S recherché. Selon la SQD, la valeur maximale entre L/S doit être égale à 10. Sept fractions sont collectées, correspondants au rapport L/S 0.1 (K1), L/S 0.2 (K2), L/S 0.5 (K3), L/S 1 (K4), L/S 2 (K5), L/S 5 (K6), L/S 10 (K7). La durée de cet essai est estimée à 21 jours [6].

#### 1.5.1.2.2 Test de diffusion

Ce test permet de simuler la lixiviation des composés inorganiques des matériaux monolithiques et moulés sous des conditions aérobiques comme une fonction du temps sur une période

de 64 jours. L'échantillon est immergé dans un liquide (deminéralisé, pH neutre de l'eau) et les concentrations des lixiviats sont mesurées. Sur la base des résultats du test de diffusion, les quantités lessivées par unité de masse sont mesurées pour chaque composante analysée [6].

### 1.5.1.2.3 Mise en décharge

Dans le cas où les concentrations des éluats sont supérieures aux valeurs limites pour les applications IBC (Tab. 1.10), les déchets doivent être enfouis dans les centres de stockage appropriés. Les déchets de type dangereux doivent être enfouis dans les décharges de catégorie C2 ou C3. L'appartenance à une des catégories est fonction des résultats des concentrations en lixiviats des différents composés présents dans le déchet, selon la norme NEN 7343 du test de colonne avec un rapport L/S égal à 1 l/kg. Les valeurs limites admissibles sont présentées dans le tableau 1.11. Si les concentrations des éluats sont inférieures aux valeurs limites, alors les déchets sont classés dans la catégorie C3. Par ailleurs, si au moins un élément a une concentration égale ou supérieure aux valeurs limites correspondantes, le déchet doit être classé dans la catégorie C2. Cependant, il existe une catégorie C1, qui est une catégorie très spécifique pour les déchets dangereux (contenant du mercure, etc.) [6].

Tableau 1.11 – Valeurs limites de mise en décharge aux Pays-Bas [6]

Substance	As	Ba	Cd	Cr	Cu	Hg	Mo	Ni	Pb	Sb	Se	Zn	$Cl^-$	$F^-$	$SO_4$
L/S=1 mg/kg	9	60	0.2	30	10	0.1	3	10	25	0.8	0.3	40	50000	280	80000

### 1.5.1.3 Cas de l'Allemagne

Les principes sur la gestion des déchets en Allemagne sont régis par la loi « Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetz » qui est entrée en vigueur en 1996. Cette loi avait pour rôle d'assurer le recyclage des matériaux et par conséquent, de préserver les ressources naturelles disponibles. Elle fournit également des directives pour une élimination rationnelle des déchets dans l'environnement. La loi définit clairement les expressions « mise en dépôt » et « recyclage ». Le principe est d'éviter tout enfouissement [3]. Par ailleurs, une précédente loi appelée « Bundes-Immissionschutz-Gesetz » entrée en vigueur en 1990, préconisait dans ses différents règlements que l'utilisation des déchets soit permise, si tous leurs impacts sur l'environnement peuvent être divulgués [3].

En Allemagne, les déchets sont divisés en 7 catégories (Z0, Z1.1, Z1.2, Z2, Z3, Z4 et Z5) en fonction de leur composition physico-chimique et des concentrations des lixiviats [6]. Le test de lixiviation s'opère suivant la norme DIN 38414-S4 du test d'extraction, avec une agitation pendant 24 h et un rapport L/S égal à 10 l/kg. A côté des différentes catégories susmentionnées, une catégorie spéciale pour les mâchefers d'incinération a été créée, dès lors que les concentrations des lixiviats ne vérifiaient pas les valeurs limites de la catégorie Z2 [6, 31].

Quand le recyclage n'est pas possible, les mâchefers sont enfouis en tant que déchets non dangereux [31]. Le tableau 1.12 présente les valeurs limites d'acceptabilité pour le recyclage des mâchefers d'incinération dans les constructions routières.



Tableau 1.12 – Valeurs seuils admissibles pour le recyclage en Allemagne [31]

Catégories	Valeur limite (mg/kg)
Test	DIN 38414-S4
L/S	10
Cd	0.05
Cr	2
Cu	3
Hg	0.01
Ni	0.4
Pb	0.5
Zn	3
Cl <sup>-</sup>	2500
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	6000
pH	7-13

#### 1.5.1.4 Cas de la Belgique

Le cadre réglementaire et législatif de la gestion des mâchefers d'incinération de deux régions en Belgique est présenté dans cette section : la région Flamande et la région Wallonne.

##### 1.5.1.4.1 Flandre

Les mâchefers d'incinération ne sont pas considérés comme des déchets dangereux et par conséquent peuvent être recyclés dans diverses applications de la construction, à condition que les concentrations en lixiviation des composés inorganiques présents soient inférieures aux valeurs limites admissibles (Fig. 1.13) définies dans la norme flamande des matériaux granulaires [31]. Le test de lixiviation fait référence à la norme NEN 7343 du test en colonne et son protocole expérimental est décrit dans le paragraphe Cf. (§ 1.5.1.2.1, page 30).

Tableau 1.13 – Valeurs seuils admissibles pour le recyclage des déchets [31]

<b>Catégories</b>	<b>Flandre</b>	<b>Wallonie</b>
<b>Critères</b>	<b>Lixiviation (mg/kg)</b>	
<b>Test</b>	<b>NEN 7343 colonne</b>	
L/S	10	10
Al	-	2000
As	0.8	0.8
Cd	0.03	0.03
Co	-	0.25
Cr	0.5	0.5
Cr <sup>VI</sup>	-	0.05
Cu	0.5	5
Hg	0.02	0.02
K	-	1700
Mo	-	1.8
Ni	0.75	1.8
Pb	1.3	2.2
Sb	-	0.3
Ti	-	2.4
Zn	2.8	4.0
Cl <sup>-</sup>	-	6000
F <sup>-</sup>	-	20
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	-	4000

Quand les concentrations en lixiviats sont conformes aux valeurs limites, les mâchefers d'incinération peuvent être recyclés comme des granulats dans les applications monolithiques. Par ailleurs, si elles étaient supérieures aux valeurs seuils de lixiviation des matériaux granulaires, les mâchefers peuvent être recyclés dans les applications monolithiques à condition que le test de diffusion, conformément à la norme NEN 7345 (1.5.1.2.2, page 30) soit effectué sur le monolithe et que les concentrations d'immersion vérifient les valeurs limites d'immersion pour les sols [31]. Les mâchefers d'incinération respectant les valeurs limites de lixiviation peuvent être utilisés comme des matériaux granulaires dans les fondations (fraction 6-50 mm), en remplacement des granulats naturels dans la confection des briques (2-6 mm) et en sous-couche de fondation (fraction 10-40 mm) dans certaines applications spécifiques. La fraction 0-0.1 mm quant à elle est dirigée vers les sites d'enfouissement [31].

La mise en décharge reste la seule option à partir du moment où le recyclage n'est plus envisageable. Les cendres volantes sont considérées comme des déchets dangereux et doivent être enfouies dans les centres de décharges de catégorie I (déchets constitués principalement de métaux lourds). Lorsque les concentrations en lixiviation, conformément à la norme DIN 38414-S4, ne vérifient pas les valeurs limites de mise en dépôt des déchets dangereux ou des déchets non dangereux (Tab. 1.14), une stabilisation des déchets s'impose à l'aide de certains additifs comme

le ciment, avant tout enfouissement [31].

Tableau 1.14 – Valeurs seuils admissibles pour la mise en dépôt des déchets en région Flamande [31]

Catégories	Flandre	
	II	I
Déchets	Non dangereux	Non dangereux/Dangereux
L/S	10	10
As	10	10
Cd	5	5
Cr <sup>VI</sup>	5	5
Cu	100	100
Hg	1	1
Ni	20	20
Pb	20	20
Ti	-	2.4
Zn	100	100
Cl <sup>-</sup>	10 000	-
F <sup>-</sup>	500	500
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	10 000	-
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	-	10 000
pH	-	4-13

Contrairement aux cendres volantes, les mâchefers d'incinération sont enfouis dans les décharges de catégorie II [31].

#### 1.5.1.4.2 Wallonie

Dans la région Wallonne, les résidus d'incinération peuvent être classifiés comme des déchets dangereux ou non dangereux en fonction des contenus totaux en métaux lourds. Les MIDND sont considérés comme des déchets non dangereux tandis que les cendres volantes sont classées dans la catégorie des déchets potentiellement dangereux. Par conséquent, les mâchefers d'incinération peuvent être recyclés comme des matériaux granulaires dans les fondations et la confection des bétons [31]. Cependant, les tests de lixiviation doivent préalablement être effectués sur les MIDND pour évaluer leur potentiel polluant en lixiviation, conformément à la norme NEN 7343 du test en colonne.

La Wallonie a établi trois principales catégories de décharge : la classe 1, qui reçoit les déchets dangereux ; la classe 2, pour les dépôts des déchets industriels non dangereux et les déchets municipaux ; et enfin la classe 3, pour les déchets inertes. Cependant, on retrouve aussi des catégories de décharges particulières : la classe 4 pour les boues de dragages et la classe 5 pour une utilisation exclusive par les producteurs de déchets [31].

### 1.5.1.5 Cas du Danemark

La valorisation des mâchefers d'incinération a été réglementée au Danemark depuis 1983. Une loi sur « l'utilisation des résidus et les sols dans les travaux de constructions et bâtiments N ° 655 du 27 juin 2000 » est entrée en vigueur le 1<sup>er</sup> janvier 2001, définissant ainsi une nouvelle procédure pour l'évaluation de leur impact dans l'environnement. Cette loi préconise que le recyclage ou non des résidus doit être évalué sur la base du potentiel polluant (test de lixiviation) et non sur la classe de pollution [3]. Les résidus peuvent être utilisés sans permission dans le respect strict des conditions d'utilisation mentionnées dans le statut. Par contre, le souscripteur se doit de le notifier aux autorités administratives, et attendre un délai minimum de quatre semaines. Les autorités administratives peuvent cependant s'opposer au projet afin d'exiger qu'une étude plus approfondie soit réalisée sur le plan environnemental. Au regard de ce statut, les résidus inorganiques et les sols sont classés en trois catégories distinctes avec différentes applications (Tab. 1.15), le tout en considérant que les mâchefers ne sont pas répertoriés dans la catégorie 1 à cause de leur teneur élevée en polluant inorganique [3].

Tableau 1.15 – Classification des sols et résidus au Danemark [3]

	Décisions	Critères de lixiviation
Catégorie 1	sol non pollué	critères exigeants
Catégorie 2	pas de restriction	critères exigeants
Catégorie 3	pas de restriction	critères indulgents

Le test de lixiviation se réalise conformément à la norme CEN prEN 12457-3 du test rotatif avec un rapport L/S égale à 2 l/kg. Les concentrations des éluats ne doivent pas dépasser les valeurs limites pour les différentes catégories mentionnées dans le tableau 1.16.

Tableau 1.16 – Valeurs limites de lixiviation au Danemark [3]

Substances	Catégorie 1+2		Catégorie 3	
	mg/l	mg/kg	mg/l	mg/kg
Chlorures (Cl)	150	300	3000	6000
Sulfates (SO <sub>4</sub> )	250	500	4000	8000
Sodium (Na)	100	200	1500	3000
Arsenic (As)	0.008	0.016	0.05	0.1
Baryum (Ba)	0.3	0.6	4	8
Plomb (Pb)	0.01	0.02	0.1	0.2
Cadmium (Cd)	0.002	0.004	0.04	0.08
Chrome (Cr) total	0.01	0.02	0.5	1
Cuivre (Cu)	0.045	0.09	2	4
Mercuré (Hg)	0.0001	0.0002	0.001	0.002
Manganèse (Mn)	0.15	0.30	1	2
Nickel (Ni)	0.01	0.02	0.07	0.14
Zinc (Zn)	0.1	0.2	1.5	3

Le tableau 1.17 présente les différentes applications des mâchefers dans les bâtiments et les travaux de construction dans la réglementation danoise.

Tableau 1.17 – Applications pour une utilisation des mâchefers dans la construction [3]

Bâtiments et travaux de construction compris dans le nouveau statut	Applications pour la catégorie 2	Applications pour la catégorie 3
Applications réglementées par le nouveau statut		
Routes	Oui	Oui
Trottoirs	Oui	Oui
Planchers et fondations	Oui	Oui
Parkings	Oui	Non
Talus	Oui	Non
Applications réglementées par la loi sur la protection de l'environnement		
Digues	Ces applications doivent être approuvées selon la loi danoise sur la protection de l'environnement	
Barrages		
Remblais		
Aménagements paysages		
Constructions en mer		
Territoire		

Les valeurs limites de lixiviation de la catégorie 2 sont très strictes et la mise en œuvre du statut est accompagnée par une obligation pour les responsables des usines d'installation de traitement thermique, de trouver des voies et moyens pour améliorer au mieux les caractéristiques des MIDND avant toute utilisation. Par contre, depuis l'entrée en vigueur de la loi de 2001, les mâchefers élaborés n'ont pas pu respecter les critères de la catégorie 2 (Tab. 1.16); d'où leur utilisation exclusive pour les applications de la catégorie 3 [3]. Approximativement, 50% des applications utilisant les MIDND sont réglementées par la loi danoise sur la protection de l'environnement. Par exemple, les applications marines (constructions portuaires et protection des quais) ne sont pas incluses dans la loi de 2001 mais plutôt régies par la loi sur la protection de l'environnement, tout simplement à cause de leur non-conformité aux exigences de la catégorie 2 [3]. Les conditions générales pour une utilisation des résidus inorganiques (mâchefers) dans les travaux de construction et les bâtiments se résument aux quelques points énumérés ci-après [3] :

- i) Toutes les applications utilisant ces résidus doivent être étanches (l'étanchéité est obligatoire pour la catégorie 3) ;
- ii) La distance minimale à respecter d'avec un forage d'eau potable est de 30 m ;
- iii) Les résidus doivent être placés au dessus du niveau le plus haut de la nappe phréatique ;
- iv) L'épaisseur moyenne maximale de la couche de résidu doit être de 1 m.

En général, les grands travaux de construction doivent faire l'objet d'une demande pour une approbation environnementale conformément à la loi sur la protection de l'environnement,

avant toute opération. Dans ce cas, le souscripteur doit impérativement inclure l'utilisation des résidus tout en s'assurant que l'estimation environnementale de toutes ses activités sera évaluée conformément à ladite loi [3].

D'un point de vue global, environ 70 à 90% de la production annuelle des mâchefers d'incinération au Danemark, sont utilisés dans les constructions routières en sous-couches de base ou en matériaux de mise en forme de chaussées [32].

#### 1.5.1.6 Cas de l'Italie

En Italie, la gestion des déchets est réglementée par le décret gouvernemental n° 22 du 5 Février 1997, connu sous le nom de "Ronchi decree". Cette loi exécute les principales recommandations des directives de l'Union Européenne sur les déchets. Selon ce décret (n° 22/97), les résidus d'incinération des déchets ménagers doivent être traités avant l'enfouissement. Selon le décret ministériel italien du 5 Février 1998, les mâchefers ne contenant pas de substances dangereuses (en conformité avec des tests de lixiviation dûment réalisés suivant les normes en vigueur) peuvent être utilisés, soit comme des matières premières dans la production du ciment, soit comme des granulats dans la production des bétons, les aménagements paysagers, et aussi dans la confection des remblais [3].

Le test de lixiviation pour un recyclage des mâchefers d'incinération se réalise conformément au décret du 5 Février 1998. Il consiste à immerger un échantillon représentatif d'au moins 100 g dans de l'eau déminéralisée avec un rapport L/S égal à 5. L'extraction du liquide à l'aide de filtres s'effectue après 2, 8, 24, 48, 72, 102, 168 et 384 heures (soit un total de 16 jours). Les concentrations en polluants de chaque éluat sont additionnées, analysées et comparées aux valeurs limites admissibles données par les critères pour une utilisation et mise en dépôt des MIDND (Tab. 1.18). Le pH de chaque éluat doit être compris dans l'intervalle 5.5-12 [3].

D'après le décret ministériel italien n° 201 du 3 Août 2005, les mâchefers d'incinération contenant les substances dangereuses doivent être dirigés dans des centres de décharges pour déchets dangereux et/ou déchets non dangereux après éventuellement, un traitement adéquat pour les rendre inertes (vitrification, stabilisation au ciment, etc.). Les produits inertes doivent respecter les exigences du test de lixiviation de la norme européenne 12457/4. Le test consiste à immerger un échantillon représentatif dans de l'eau déminéralisée pendant 24 h avec un rapport L/S égal à 10. Les analyses des éluats sont comparées aux concentrations limites présentées dans le tableau 1.18 [3].

Tableau 1.18 – Critères d'acceptabilité sur la gestion des mâchefers [3]

Substances	Valorisation (ciment, béton, remblai)		Mise en décharge	
	mg/l	mg/kg (L/S)=5	mg/l	mg/kg (L/S=10)
Cl	200	1000	1500	15000
F	1.5	7.5	15	150
SO4	250	1250	2000	20000
Na	-	-	-	-
NO3	20	250	-	-
As	0.05	0.25	0.2	2
Ba	1	5	10	100
Pb	0.05	0.25	1	10
Cd	0.005	0.025	0.02	0.2
Cr total	0.05	0.25	1	10
Cu	0.05	0.25	5	50
Hg	0.001	0.005	0.005	0.05
Mo	-	-	1	10
Ni	0.01	0.05	1	10
Zn	3	15	5	50
Sb	-	-	0.07	0.7
Se	0.01	0.05	-	-
Sr	-	-	0.05	0.5
Be	0.01	0.05	-	-
Co	0.25	1.25	-	-
V	0.25	1.25	-	-
pH	5.5<>12.0	5.5<>12.0	-	-
Arômes organiques solubles	-	-	0.4	4
Azotes organiques solubles	-	-	0.2	2
Chlorures organiques solubles	-	-	2	20
Pesticides, total	-	-	0.05	0.5

### 1.5.1.7 Cas de l'Espagne

En Espagne, la plupart des usines d'incinération de déchets (7 sur 9 usines) sont situées dans la région catalane. La gestion sur l'utilisation des MIDND est réglementée par les normes du gouvernement de la Catalogne [3]. La plupart des MIDND sont cependant mis en décharge. Par ailleurs, plusieurs études étaient en cours de développement à cette période pour évaluer la possibilité de valoriser les MIDND, principalement dans la construction routière. Le test de lixiviation est effectué suivant la réglementation allemande (norme DIN 38414-S4, avec un rapport L/S égal à 10) et les valeurs limites admissibles sont celles fixées par la réglementation catalane. Ces valeurs limites sont présentées dans le tableau 1.19.

Tableau 1.19 – Valeurs limites de la lixiviation en Catalogne [3]

Substances	Normes catalanes 1996	
	mg/l	mg/kg
As	-	-
Cd	0.005	0.05
Cr total	0.2	2
Cu	0.3	3
Pb	0.05	0.5
Zn	0.3	3

### 1.5.1.8 Cas de la Suède

Dans la plupart des régions suédoises, l'abondance des granulats naturels ne favorise pas l'utilisation des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux dans les travaux de construction. Cependant, le gouvernement a introduit une taxe de 40 euros par tonne de matériaux déposés dans les centres de stockage et par conséquent, limite la mise en décharge des mâchefers [3].

En 2006, il n'existait pas encore de réglementation nationale sur l'utilisation des MIDND comme des matériaux dans la construction, en dehors de son stockage [3]. Il revient donc aux autorités locales et régionales, de décider de l'acceptabilité ou non de l'utilisation des MIDND dans les travaux de constructions. Le plus souvent, les constructions intégrant les mâchefers ne sont pas permises en raison des préoccupations environnementales. Cependant, dans certains cas, les mâchefers peuvent être utilisés sous la condition qu'ils n'engendrent pas d'impacts négatifs sur l'environnement. Ainsi :

- i) Les sites de construction utilisant les mâchefers ne doivent pas être à proximité des points d'eau potable ;
- ii) Les sols doivent avoir une faible conductivité hydraulique (argile) ;
- iii) Les ouvrages doivent être étanches (couverts).

Par ailleurs, des programmes de contrôle sont placés sur les sites pour surveiller la qualité des eaux souterraines. Ces programmes consistent à placer des piézomètres sur les sites qui vont enregistrer des données sur la qualité des eaux pendant au moins cinq ans, et permettre d'évaluer l'impact des mâchefers sur leur environnement immédiat [3].

L'élaboration des lignes directrices par l'agence de la protection sur l'environnement vont permettre une utilisation rationnelle et écologique des déchets dans les travaux de génie civil. L'Institut Géotechnique Suédois en collaboration avec la direction nationale des routes a entamé en 2006, l'élaboration d'un manuel pour l'utilisation des matériaux alternatifs dans le secteur de la construction [3].

## 1.5.2 Législation sur la gestion des mâchefers en Asie et en Amérique

### 1.5.2.1 Cas de la Chine

La Chine est parmi les plus grands producteurs de déchets solides dans le monde [33]. La gestion de ces déchets est encadrée par la "loi sur la prévention de la pollution environnementale"



[33]. L'incinération n'est pas une pratique très répandue en Chine. En 2006, sur 148 millions de tonnes de déchets collectés, 91.4% ont été enfouis, 6.4% ont été incinérés et 2.2% ont été compostés [34]. Étant donné qu'en 2007, on comptait 366 sites d'enfouissement technique sur seulement 66 usines d'incinération, l'enfouissement des déchets ménagers est par conséquent le mode de gestion des déchets le plus pratiqué. Par ailleurs, on note une évolution sur les pratiques de gestion des déchets en Chine. Le nombre d'usines d'incinération des déchets est chiffré en moyenne à 90 et tend à s'accroître davantage dans les années futures, compte tenu de la politique énergétique insufflée dans le pays [35].

Les résidus granulaires issus de l'incinération des déchets dans leurs usines sont de deux types : les mâchefers d'incinération et les cendres volantes. Les mâchefers d'incinération (qui représentent 25% du tonnage incinéré) sont recyclés comme des matériaux pour la confection des briques après un traitement spécial préalable et aussi dans les constructions routières [35]. Bien que les mâchefers d'incinération sont réutilisés dans diverses applications de la construction, certaines usines d'incinération ne mettent pas en place des opérations susceptibles de récupérer les particules métalliques présentes dans ces matériaux [34]. Quant aux cendres volantes qui représentent en moyenne 1-5% du tonnage incinéré, elles sont traitées au ciment avant d'être enfouies dans les sites appropriés [34, 35].

### 1.5.2.2 Cas des USA

Actuellement, le recyclage des résidus issus de l'incinération des ordures ménagères n'est pas une pratique répandue aux USA [36]. Ces résidus (mâchefers d'incinération et cendres volantes) sont principalement dirigés vers les décharges appropriées et disposés en couches qui elles-même sont par la suite enrobées par des matériaux de protection spécifiques. Des études préliminaires ont été réalisées dans le but de valoriser ces résidus dans le domaines de la construction (applications géotechniques en sous couches de chaussées, remblais, applications cimentaires). Bien que les conclusions de ces études soient positives, l'absence d'une réglementation fédérale et les applications variables dans les différents états empêchent la mise en œuvre de la valorisation des résidus d'incinération [36].

Par ailleurs, l'Agence de Protection de l'Environnement a implémenté des essais de caractérisation "Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)" dans le but de pouvoir quantifier le taux de relargage des déchets dans l'environnement. Ces tests de lixiviation permettent de classer les déchets en deux catégories "déchets dangereux" et "déchets non dangereux". Les résidus d'incinération doivent respecter les exigences environnementales du "TCLP" pour être considérés comme non dangereux. Des tests de lixiviation alternatifs (Waste Extraction Test (WET)) ont vu le jour car il a été démontré que le test "TCLP" surestimait le potentiel de relargage des résidus comparativement aux conditions réelles. Par conséquent, chaque état a la possibilité de se référer à des tests environnementaux autres que le "TCLP" parfois avec des valeurs seuils beaucoup plus restrictives [36]. Le tableau 1.20 présente les valeurs limites environnementales de l'Agence de Protection de l'Environnement américaine pour caractériser les déchets.

Tableau 1.20 – Valeurs admissibles de lixiviation selon les normes US EPA [36]

Elément	Valeurs seuils US EPA (mg/l)
As	5
Ba	100
Pb	5
Cd	1
Cr	5
Hg	0.2
Se	1
Ag	5

D'un point de vue global, cette analyse montre des divergences dans le cadre réglementaire et législatif sur la gestion des mâchefers d'incinération, dans les différents pays où sont produits ces matériaux granulaires. De plus, les protocoles expérimentaux pour évaluer leur classification environnementale ne sont pas toujours les mêmes en vue d'identifier une ou plusieurs applications possibles dans la construction, tout en évitant les éventuelles pollutions et contaminations de l'environnement.

## 1.6 Filières de valorisation des mâchefers d'incinération

### 1.6.1 Intérêt de la valorisation

La valorisation des mâchefers d'incinération en tant que matériaux granulaires secondaires dans la construction est une pratique ancienne. Elle présente des avantages indéniables à savoir :

- i) Préserver les ressources naturelles (utilisation des métaux ferreux et non ferreux présents dans les MIDND et la fraction minérale en substitution soit du sable, soit du gravier naturel) ;
- ii) Réaliser des profits (taxe payée à l'État sur l'enfouissement) ;
- iii) Résoudre le problème de stockage et réduire le risque de contamination sur l'environnement (réduire les matériaux à stocker et éviter la création de nouveaux centres de stockage).

Le tableau 1.21 présente un aperçu sur les filières de valorisation des mâchefers d'incinération comme étant des matériaux granulaires secondaires dans différents pays européens [37].

Tableau 1.21 – Recyclage des mâchefers comme matériaux secondaires en Europe [37]

Pays	Voies de valorisation des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux
Autriche	Pas de recyclage, excepté dans les décharges comme matériaux.
Belgique	Granulats dans les constructions routières et les produits bétons.
Danemark	Sous-couche de chaussées et digues, structures marines (barrages, ports), matériel de construction pour les parkings
France	80% dans les constructions routières.
Allemagne	Sous-couche de chaussées, revêtements de chaussées dans les décharges.
Italie	Constructions routières, construction des centres d'enfouissement.
Pays-Bas	Sous-couche de chaussées et digues, barrières anti bruits, ouvrages en bétons.
Portugal	Constructions routières, revêtements des sites de décharges (couches de chaussées).
Espagne	Constructions routières, revêtements des sites de décharges (couches de chaussées).
Suède	Matériaux de revêtements dans les décharges.
Royaume Uni	55% recyclé dans la construction routière en 2011.

Il ressort du tableau 1.21 que la construction routière est la principale voie de valorisation des mâchefers d'incinération en Europe. Par ailleurs, les MIDND sont aussi utilisés dans la confections des bétons comme des granulats en substitution partielle ou totale de ceux naturels.

Compte tenu de leurs compositions physico-chimiques, minéralogiques et géotechniques, les mâchefers d'incinération peuvent être recyclés dans plusieurs autres applications (ciment, céramique [38]).

### 1.6.2 Application en techniques routières

Plusieurs types de matériaux peuvent constituer les différentes sous-couches de chaussées (couche de fondation, couche de forme, couche de base) à condition qu'elles répondent aux caractéristiques recherchées. L'utilisation des MIDND pour substituer ces matériaux de construction est envisagée lorsqu'ils présentent des propriétés physiques et géotechniques comparables aux granulats naturels [39]. En France, les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux sont utilisés comme matériaux de substitution, principalement en remblais routiers pour les couches constituant le corps de la chaussée [15]. A titre d'exemple, 21 000 tonnes de mâchefers ont été utilisées pour le stade de France (12 000 tonnes en remblai du quai de la gare SNCF et 9 000 tonnes en sous-couches pour la liaison gare/RN) et 117 000 tonnes ont été utilisées pour le chantier d'Euro-Disney [40]. Plusieurs autres exemples de recyclage des MIDND en techniques routières dans différentes régions françaises sont répertoriées dans le rapport technique AMORCE de décembre 2014 (page 9) [41]. Le cas de plus récent sur la valorisation des mâchefers d'incinération

en technique routière est la route du MIOM. C'est une route expérimentale construite en 2013 à Frétin dans la région des Hauts-de-France, et dont une fraction de mâchefers (0-6,3 mm) a été utilisée en partie directement sous l'enrobé avec une structure de trafic sous à un trafic T3 (100 PL/J/sens) [42].

La principale inquiétude qui pourrait subsister pour cette valorisation en techniques routières est la contamination des eaux de surface et nappes phréatiques par lessivage des métaux lourds contenus dans les mâchefers. Des pré-traitements par lavage (eau ou solutions alcalines) en amont ou bien des stabilisations par vitrification ([43]) sont des solutions possibles avant toute valorisation. On notera cependant des mesures qui sont appliquées dans certains pays afin de minimiser l'impact du relargage de polluants (métaux lourds en particulier) dans l'environnement. Par exemple aux Pays-Bas, afin d'éviter la contamination des nappes phréatiques par les mâchefers, les remblais sont en général surélevés au minimum de un mètre au-dessus des hautes eaux et les mâchefers sont emballés dans des sols argileux bentonitiques et protégés par des films polyéthylène de haute densité [44].

Des études ont montré que les MIDND peuvent servir de matériaux granulaires secondaires principalement comme :

- i) Chape de couverture de la chaussée et remblais dans les décharges [27, 45] ;
- ii) Matériaux de recouvrement des sites miniers après exploitation [27, 45] ;
- iii) Granulats de substitution en sous-couche de chaussée [16, 27, 39, 46, 47]

### 1.6.3 Application dans les céramiques

Les mâchefers d'incinération peuvent être utilisés comme des matières premières dans la production de la céramique [14]. La composition minéralogique des MIDND ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) montre qu'ils pourraient se substituer partiellement à l'argile pour la production des céramiques sans un traitement en amont. Des études ont montré la faisabilité du recyclage des MIDND dans la confection des tuiles en céramique. Ces conclusions ont révélé que l'incorporation jusqu'à 20% en poids des MIDND dans les céramiques ne changent pas substantiellement les propriétés minéralogiques et thermiques des tuiles en céramique [38].

### 1.6.4 Application dans la production du ciment

Les minéraux présents dans le ciment anhydre sont quasiment semblables à ceux retrouvés dans les mâchefers d'incinération, bien qu'en des proportions massiques différentes. Ainsi, les MIDND peuvent être utilisés comme des matières premières, dans la fabrication du cru du ciment ([14]) ou en substitution partielle ou totale du ciment anhydre dans les applications cimentaires.

Lors de la décomposition des carbonates de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) en chaux ( $\text{CaO}$ ), une quantité importante de dioxyde de carbone est dégagée, ce qui est néfaste pour l'environnement. Étant donné que les MIDND contiennent déjà de la chaux plutôt que les carbonates de calcium, le taux de dioxyde de carbone dégagé lors du processus de fabrication peut être réduit [14]. Par ailleurs, une forte concentration en ions chlorure et sulfate peut affecter la qualité du produit final [14].

Plusieurs études ont montré l'utilisation possible des mâchefers d'incinération broyés en

substitution partielle ou totale du ciment dans la production des matériaux cimentaires [5, 24, 26, 48, 49, 50, 51, 52]. Juric et al. [48] recommandent de remplacer jusqu'à 15% en poids le ciment par les MIDND et d'utiliser ce type de liant pour des éléments en bétons recevant de faibles charges. Li et al. [50] ont révélé que les propriétés mécaniques des matrices cimentaires contenant les MIDND, diminuent proportionnellement en fonction du taux de substitution et une substitution de 30% permet d'avoir des résistances à la compression à 28 jours de 38.9 MPa, supérieures à la valeur minimale caractéristique de la classe du ciment (32.5). Al-Rawas et al. [26] ont montré que la substitution de 20% de ciment par les MIDND donne des résistances à la compression supérieures par rapport à la valeur référence à 14 et à 28 jours de cure. Néanmoins, la substitution du ciment par les MIDND affecte les propriétés rhéologiques de la pâte cimentaire. Une faible ouvrabilité de la pâte cimentaire est observée et elle est proportionnelle aux taux de substitution de ciment [26, 50]. De plus, certains composés présents dans les mâchefers d'incinération (zinc, plomb, cuivre) retardent le début de la prise du ciment [49, 53] et par conséquent, ralentissent la réaction d'hydratation du ciment contrairement à un ciment classique [14, 50].

### **1.6.5 Application dans la confection de mortiers et bétons en substitution de granulats naturels**

L'utilisation des mâchefers d'incinération dans les bétons n'est pas encore réglementée en France et dans la plupart des pays européens. Les Néerlandais sont les seuls à encadrer son recyclage dans les applications cimentaires à travers une directive "CUR-Aanbeveling 116" qui est entrée en vigueur en octobre 2012 [54].

Cette directive néerlandaise préconise par exemple des tests environnementaux (principalement des tests de lixiviation) sur le monolithe contenant les mâchefers d'incinération avant leur recyclage dans le béton, car il illustre au mieux la situation dans laquelle le matériau est mis en œuvre [55, 56]. Pour un recyclage des mâchefers ou des agrégats recyclés en remplacement partiel des granulats naturels dans les applications cimentaires, la directive "CUR-Aanbeveling 116" préconise les recommandations suivantes [54] :

- i) l'utilisation des agrégats d'UIOM est exclue dans le cas du béton précontraint ;
- ii) l'utilisation des agrégats recyclés est préconisée pour les classes de résistances 12/15 ; 16/20 ; 20/25 et 30/37 ;
- iii) le remplacement des agrégats naturels par des agrégats recyclés peut s'effectuer jusqu'à 20% (volume) dans le béton armé et peut atteindre 50% dans les bétons non armés et les produits bétons ;
- iv) l'utilisation des agrégats recyclés dans les produits bétons et bétons non armés est préconisée dans toutes les classes d'exposition ;
- v) l'utilisation des agrégats recyclés dans le béton armé est préconisée pour toutes les classes d'exposition à l'exception des classes environnementales XA2 et XA3 (soumis à des attaques chimiques moyennes et fortes) ;
- vi) le remplacement des agrégats naturels par des agrégats recyclés est limité à 20% (volume) pour une exposition à la classe XF (soumis à des attaques dues à des cycles gel-dégel) ;

vii) l'utilisation du ciment CEM III/B et CEM II/BV est obligatoire pour les classes d'exposition environnementale XD et XS (corrosion induite par les chlorures d'origines autres que marines et corrosion induite par les chlorures de l'eau de mer).

Au regard de la littérature scientifique, de précédentes études ont révélé que les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux pouvaient être utilisés en substitution partielle ou totale du squelette granulaire dans la confection des mortiers et bétons [6, 26, 28, 48, 51, 53, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69]. Les conclusions de ces études montrent que deux principales tendances sont observées en remplacement des granulats naturels par des mâchefers d'incinération dans les applications cimentaires. Les résistances mécaniques des bétons contenant les MIDND sont inférieures par rapport à celles des bétons standards [28] et par conséquent, leur utilisation est restreinte aux parties d'ouvrages peu sollicitées [60, 62, 64]. Par ailleurs, certains résultats montrent que les résistances mécaniques des bétons contenant les MIDND peuvent être égales voire supérieures à celles des bétons standards [6, 66]. Ces valeurs obtenues sont influencées par les différents traitements effectués sur les particules de mâchefers d'incinération en amont.

Saikia et al. [57] ont montré que la substitution partielle de 25% en poids de la fraction 0.1-2 mm traitée chimiquement (0.25 mol/l  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) et par voie thermique (vitrification à 675 ° C) améliore la résistance à la compression des mortiers comparativement à ceux de la même fraction qui n'ont subi aucun traitement chimique et thermique. Pera et al. [28] ont également montré que la fraction 4-20 mm des MIDND traités à l'aide de l'hydroxyde de sodium peut se substituer jusqu'à 50% en volume aux graviers naturels dans la confection des bétons, sans toutefois affecter la durabilité des matériaux et donner des résistances à la compression de l'ordre de 25 MPa à 28 jours de cure. De même, Zhang et Zhao [49] ont montré que le taux de substitution des graviers naturels par les MIDND pré-lavés dans la confection des bétons ne doit pas excéder 50% en poids dans l'optique d'avoir des propriétés mécaniques comparables à celles des bétons standards. Keppert et al. [59] ont recommandé que le taux de substitution du sable naturel par les MIDND non traités doit être inférieur à 10% pour que les résistances mécaniques des éprouvettes de bétons ne soient pas considérablement affectées. Ferraris et al. [51] ont montré que les MIDND traités par vitrification (1450 ° C) ne sont pas convenables en remplacement du sable naturel dans la production des bétons. Cependant, les matériaux cimentaires conservent leurs propriétés mécaniques en remplacement des graviers naturels jusqu'à 75% en proportion volumique comparativement aux bétons référentiels. Al-Rawas et al. [26] montrent que substituer du sable naturel par les MIDND jusqu'à 40% en poids, donne des résistances à la compression à 28 jours supérieures à celles des bétons confectionnés avec le sable naturel. Nielsen et al. [66] et Muchova [6] sont aussi allés dans le même sens que les précédents auteurs. Nielsen et al. [66] ont démontré qu'en substituant de 50% les graviers naturels par des MIDND traités par le procédé STEINERT, les résistances à la compression à 28 jours augmentent de 20% pour les blocs de bétons creux, et de 34% pour les blocs de béton pleins par rapport à celles des bétons de référence. Quant à Muchova, elle a démontré que la substitution de 30% de graviers naturels par des MIDND traités (procédé par voie humide développé aux Pays-Bas) permettait d'obtenir des résistances à la compression à 28 jours de 41.5 MPa contrairement à 36.2 MPa dans le cas où seuls les matériaux naturels sont utilisés dans la confection des bétons [6].

L'observation majeure faite à travers la littérature est que le taux de substitution optimale du squelette granulaire et les résistances obtenues à différents jours de cure, sont fonction des traitements effectués sur les granulats de mâchefers d'incinération (lavage par solutions alcalines, solidification/vitrification, séparation magnétiques et mécaniques, etc.). Le tableau 1.22 présente une liste non exhaustive des propriétés mécaniques des mortiers à base de sables de mâchefers traités en remplacement du sable naturel (fraction inférieure ou égale à 5 mm).

Les faibles propriétés observées dans les bétons lorsqu'on substitue partiellement ou totalement les granulats naturels (sable ou gravier) par les mâchefers d'incinération sont dues à la présence de certains éléments qui composent les mâchefers d'incinération [6, 28, 60, 66]. En effet, l'association des mâchefers d'incinération dans la pâte cimentaire peut engendrer dans certains cas (conditions de cure des éprouvettes [70]) des réactions chimiques à l'intérieur de la matrice et par conséquent, causer des pathologies de gonflement sur les ouvrages en béton [25, 70, 71]. Les réactions typiques susceptibles de se produire sont :

- i) la réaction alcali silice ;
- ii) la réaction de l'aluminium pour former les hydroxydes d'aluminium et les aluminates hydratés ;
- iii) la formation de l'ettringite secondaire ;
- iv) l'hydratation de la chaux et des oxydes de magnésium.

Tableau 1.22 – Propriétés mécaniques des matériaux cimentaires contenant du sable de mâchefers

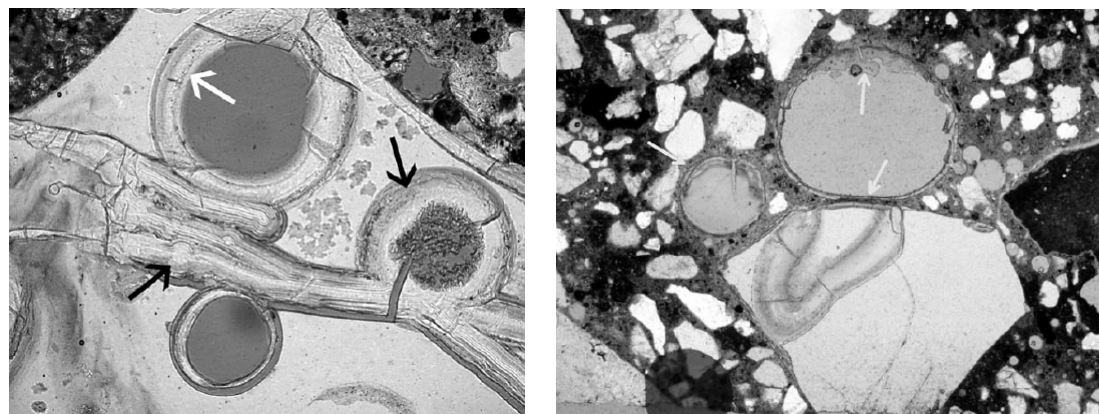
Fraction mm	Traitement appliqué	Taux de substitution	E/C	R <sub>cm</sub> [MPa]		Réf.
				28 j	60 j	
0.1-2	Non traité	0%	0.5	54	57	[57]
	Lavé à l'eau	25% (m/m)		56%*	58%*	
	Chimique (0.1-0.25 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	25% (m/m)				
0.1-2	Thermique (675 ° C)	25% (m/m)	0.5	65%*		[57]
0.1-2	Thermique (675 ° C) Chimique (0.25 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	25% (m/m)	0.5	75%*	77%*	[57]
0.1-2	Chimique (0.25 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ) Thermique (675 ° C)	25% (m/m)	0.5	55%*	56%*	[57]
0.1-2	Superplastifiant Thermique (675 ° C) Chimique (0.25 Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	25% (m/m)	0.5	92%*	94%*	[57]
0-5	Vitrification (1450 ° C) Broyage Tamisage	0%	0.6	44.7	45.8	[51]
		25% (v/v)		40.0	42.7	
		50% (v/v)		35.7	38.3	
		75% (v/v)		33.6	34.8	
0.075-4.75	Non renseigné	0%	0.7	30.5		[26]
		10% (m/m)		34.8		
		20% (m/m)		36.4		
		30% (m/m)		31.3		
		40% (m/m)		35.5		

(\*) représente les pourcentages des résistances mécaniques par rapport à la valeur de référence (mortier témoin à 0% du taux de substitution).

#### 1.6.5.1 Réaction alcali-silice

La réaction alcali-silice (RAS) qui se produit dans les bétons est le résultat de la réaction de la silice amorphe d'un granulat (débris de verres dans les MIDND) avec les ions hydroxyde et alcalins présents dans la solution interstitielle du béton [71, 72, 73]. Cette réaction donne naissance à la formation d'un gel qui prend forme à l'intérieur des inclusions de verres et se développe le long des pores de la matrice cimentaire, provoquant ainsi la fissuration du béton et dans certains cas sa destruction (Fig. 1.10).





a) Gel formé à l'intérieur

b) Gel formé à l'intérieur et l'extérieur

FIGURE 1.10 – Formation du gel de silice [71]

Le gel formé est principalement composé de silicium, de calcium, de potassium et de sodium [71, 72]. La forte concentration des débris de verres dans la matrice cimentaire va accélérer le processus de formation de ce gel. Trois conditions simultanées sont nécessaires à l'apparition de la RAS [74]

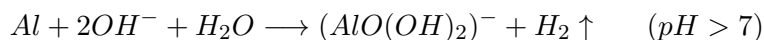
- i) la présence d'un granulat potentiellement réactif ;
- ii) une concentration élevée en éléments alcalins dans la solution interstitielle ;
- iii) une ambiance de conservation du béton présentant une humidité relative élevée  $HR \geq 80\%$ .

La présence de particules de verres dans le béton peut également conduire à une réaction pouzzolanique, qui va permettre d'améliorer les caractéristiques mécaniques et la durabilité des bétons [72, 73]. Pour cela, il faudrait broyer très finement les fractions de verres et envisager une utilisation en tant que liant. Le verre broyé va permettre à la silice de réagir avec la chaux produite par la réaction du ciment, créant ainsi des composés dotés de propriétés liantes. Cette pouzzolanité va augmenter avec la finesse des particules [72]. Des études ont montré que des résistances à la compression équivalentes ou supérieures peuvent être obtenues en utilisant jusqu'à 40% de verre d'une finesse de  $540 \text{ m}^2/\text{kg}$ , comparé à une référence sans verre [72]. De même, l'utilisation jusqu'à 30% de substitution par le verre dans le béton ne cause pas de RAS lorsque la teneur en éléments alcalins du mortier et/ou béton est inférieure à 3 ( $(\text{Na}_2\text{O}_{eq}) \leq 3$ ) [72].

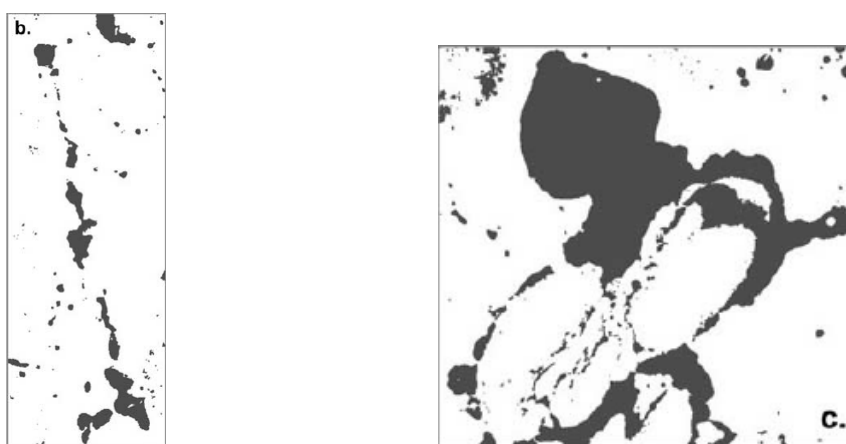
Cependant, plusieurs actions de prévention peuvent s'appliquer dans l'optique de freiner l'apparition de la RAS dans les bétons. L'utilisation de la fumée de silice, de la cendre volante, du métakaolin et même des particules de verres finement broyés ( $180$  à  $540 \text{ m}^2/\text{kg}$ ) [72]. Idir et al. [72] ont montré que l'utilisation simultanée des verres sous la forme large et finement broyés dans les bétons permet de réduire l'apparition de la RAS. La directive néerlandaise "CUR-Aanbeveling 89" présente un ensemble de mesures et différentes précautions à prendre lors de la confection des bétons pour éviter l'apparition de la réaction alcali-silice [75]. L'absence de gonflement dans les éprouvettes ne signifie pas qu'il n'y a pas eu l'apparition de la RAS. Cette réaction peut apparaître sous la forme d'exsudations sur la face des éprouvettes et seules les analyses au microscope électronique à balayage (MEB) permettraient de confirmer ou non sa présence sur les éprouvettes [72].

### 1.6.5.2 Formation des hydroxydes d'aluminium et des aluminates

L'aluminium métal se dissout principalement les ions  $OH^-$  pour former des aluminates dans une solution alcaline (lorsque le pH est supérieur à 10). Cette réaction s'accompagne d'un développement régulier de gaz ( $H_2$ ) et se produit à proximité ou aux alentours des particules d'aluminium [70, 71].



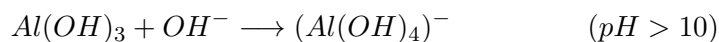
La libération du dihydrogène qui se produit pendant la phase plastique de la pâte de ciment est la principale source de la porosité très élevée des bétons contenant les mâchefers d'incinération par rapport aux bétons standards [71]. La figure 1.11 montre quelques formes de porosités identifiées dans les bétons contenant les mâchefers d'incinération.



a) Arrangement linéaire    b) Forme arrondie entourant les particules métalliques (Al)

FIGURE 1.11 – Différentes formes de porosités identifiées dans les bétons de mâchefers [71]

Quand le pH descend entre 9-10, il y a la formation d'un gel d'hydroxyde d'aluminium autour des particules d'aluminium, responsable du gonflement et de l'apparition des fissures sur les matériaux cimentaires [70, 71].



L'hydroxyde d'aluminium apparaît sous trois formes distinctes : une forme amorphe  $Al(OH)_3$  et deux formes cristallines bayerite ( $\alpha - Al(OH)_3$ ) et boehmite ( $\gamma - AlOOH$ ) [71]. Pendant que la forme amorphe se présente comme un gel (Fig. 1.12), la bayerite apparaît quelquefois sous la forme d'une plaque bien formée comme un granulat ayant la forme de cristaux à l'intérieur des pores.

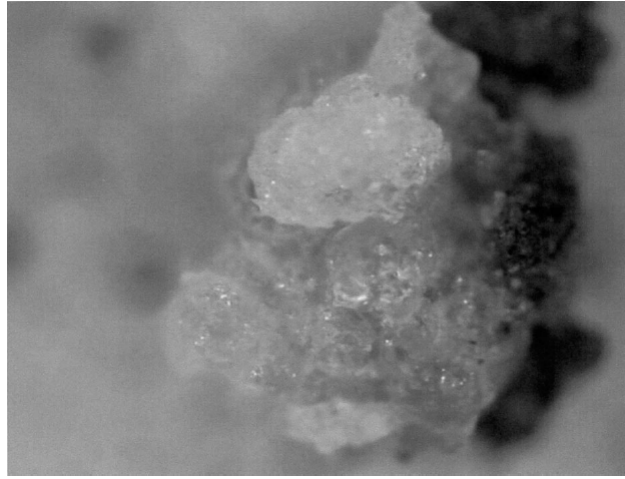


FIGURE 1.12 – Gel d’hydroxyde d’aluminium formé [70]

Par ailleurs, si ces composés se forment à proximité de la surface plane d’un béton, l’endommagement peut apparaître sous la forme d’effritement ou arrachement de particules en surface (Fig.1.13).

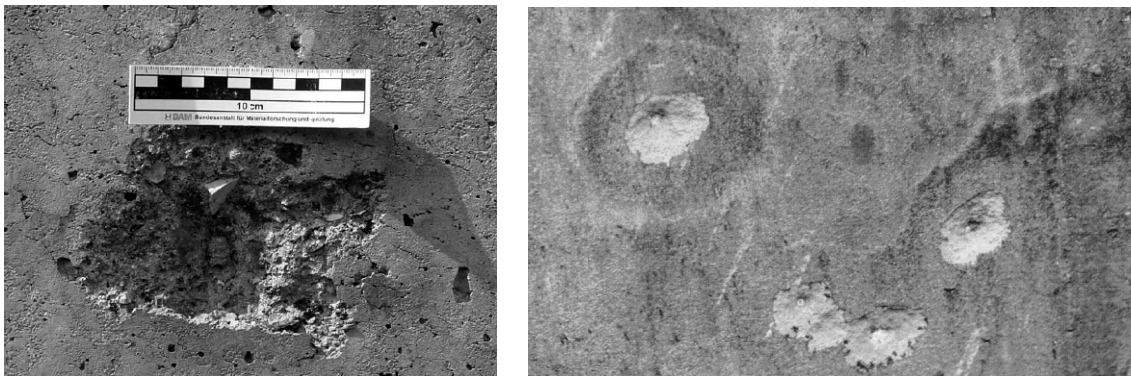


FIGURE 1.13 – Épaufrures sur la surface plane d’un béton [66, 71]

### 1.6.5.3 Formation de l’ettringite secondaire

L’ettringite est une espèce minérale composée de sulfate de calcium et d’aluminium hydraté. A un taux de pH très élevé, le composé ( $Al(OH)_4^-$ ) formé à partir de l’aluminium métal peut combiner avec les ions sulfate et calcium pour former des produits expansifs d’ettringite, qui réduisent considérablement les résistances à la compression des matériaux cimentaires [57]. La formation d’une couche d’ettringite secondaire dans les matériaux cimentaires est conditionnée par la teneur en concentration d’ions sulfate. L’ettringite secondaire apparaît dans les fissures à l’intérieur de la pâte comme une masse irrégulière et dans les pores sous la forme de cristaux circulaires (Fig. 1.14).

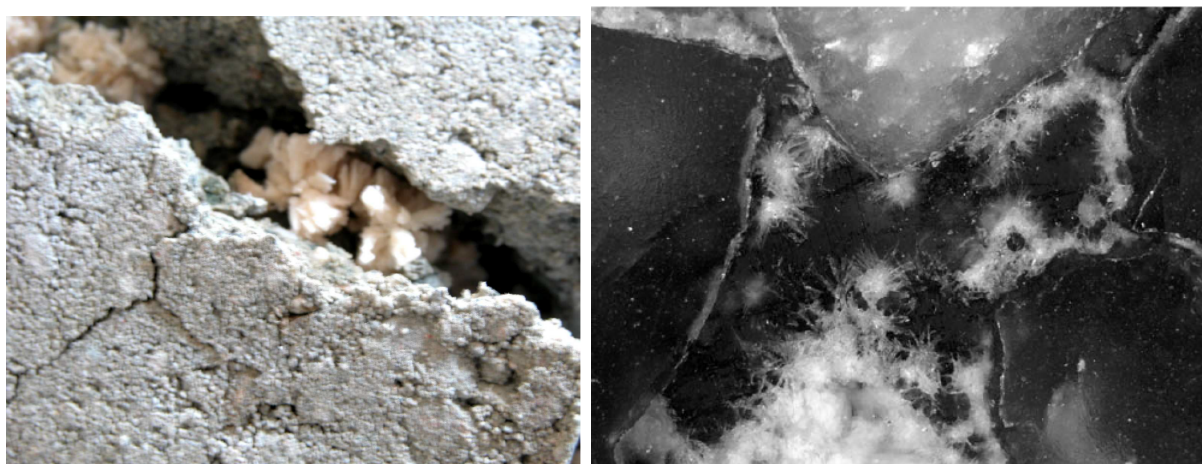
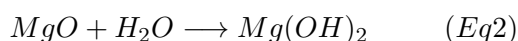


FIGURE 1.14 – Formation de l'ettringite secondaire [66, 71]

De même, les sulfates présents dans les mâchefers d'incinération peuvent former des minéraux de sulfates expansifs dans le béton durci (ettringite différée), qui peuvent détériorer la durabilité des bétons [57]. La formation de l'ettringite différée se produit surtout dans le cas où le béton au jeune âge a subi une élévation de la température supérieure à 65 - 70 ° C [76].

#### 1.6.5.4 Hydratation de la chaux et des oxydes de magnésium

Les oxydes de calcium et de magnésium libres causent une instabilité pendant leur transformation en hydroxyde [70].



Ce gonflement observé après la prise est dû à la constitution des hydrates massifs comme la portlandite (Cf. Eq1), dont la croissance fait pression sur l'ensemble de la structure et en provoque la dilatation. Il est lié à la quantité de chaux libre non hydratée, restant après le début de la prise. Si cette quantité est négligeable, le gonflement pourra être négligeable [74]. Par ailleurs, la pathologie de gonflement causée par cette réaction apparaît moins importante que celle causée par l'ettringite et le gel d'hydroxydes d'aluminium [70].

De toutes les réactions chimiques susceptibles de se produire dans la matrice cimentaire, la réaction d'oxydation de l'aluminium métal est la principale cause du gonflement des bétons contenant les mâchefers d'incinération [70, 71].

Par conséquent, avant toute valorisation des MIDND dans les applications cimentaires, il convient de mettre en place de nouveaux procédés de traitement spécifiques qui vont permettre d'épurer au mieux les mâchefers des particules métalliques (ferreuses et non ferreuses), principalement l'aluminium métal et de tous les autres matériaux indésirables, dans l'optique de stabiliser le caractère hétérogène et évolutif du matériau et de s'affranchir de tout développement de pathologies.

## 1.7 Procédés de traitement améliorés

Les techniques communément utilisées pour le traitement des mâchefers d'incinération avant tout recyclage en substitution partielle ou totale des granulats naturels dans le secteur de la construction peuvent se regrouper en deux catégories : les procédés de séparation par voie sèche et les procédés de séparation par voie humide [77].

### 1.7.1 Procédés de séparation par voie sèche

Les procédés de séparation par voie sèche sont des procédés de traitement où l'eau n'interagit pas dans le processus de séparation entre la fraction minérale et les matières indésirables.

#### 1.7.1.1 Procédé Heros (Granova)

Cette technique de séparation a été développée aux Pays-Bas. Heros, une des filiales de REMEX (société spécialisée dans le traitement des résidus provenant de l'incinération des déchets), produit des agrégats secondaires durables de marque "Granova" qui sont utilisés dans le bâtiment et la construction civile [56, 78].

En sortie d'usine, les mâchefers d'incinération (qui sont la base des agrégats Granova), doivent passer par une chaîne de transformation pour obtenir à la fin un produit final viable et utilisable dans la construction.

Le processus d'élaboration des agrégats Granova (Fig. 1.15) se décrit comme suit. Arrivées en début de chaîne de traitement, les particules très larges sont extraites et dirigées vers différents cribles où elles sont tamisées et séparées de façon optimale. Les matériaux mixtes et les particules métalliques qui n'ont pas pu être éliminés par les cribles, sont retirés manuellement. Les métaux ferreux sont extraits à l'aide de différents aimants tandis que les métaux non ferreux sont extraits à l'aide des séparateurs à courant de Foucault. Par la suite, le sous-produit industriel est acheminé vers un séparateur d'air pour extraire toute la matière organique présente dans les matériaux. A la fin de ce processus, le mâchefer est stocké pendant une période appropriée (maturation) pour réduire les concentrations en métaux lourds, et finalement être utilisable comme substitut des agrégats primaires dans la construction.

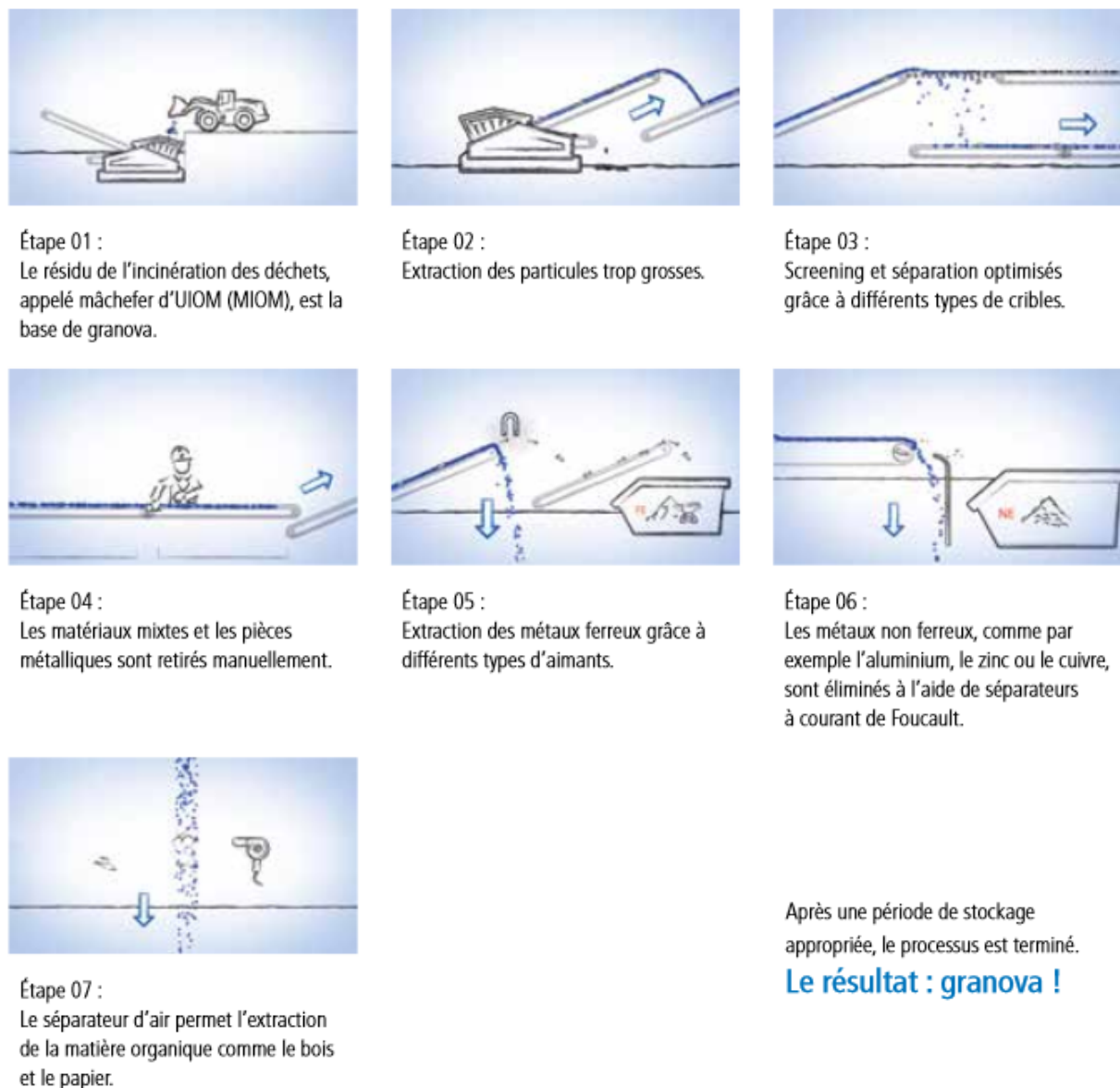


FIGURE 1.15 – Procédé de fabrication des agrégats Granova [56]

Aucune donnée statistique n'a pu être obtenue sur le taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux à travers ce procédé. Par ailleurs, 500 000 tonnes d'agrégats de marque "Granova" sont produits annuellement aux Pays-Bas pour être recyclés comme des matériaux secondaires dans les routes, les terrassements, les murs de protections anti-bruit, les constructions des décharges et les ouvrages en béton [55, 79]. De plus, Heros a développé une fiche produit technique Granova qui est conforme au granulats utilisables dans le béton par un marquage CE et la certification KOMO (Annexe B.1, page 199) [55]. La certification KOMO est un label établi par l'Institut indépendant de certification néerlandaise qui certifie de la conformité des caractéristiques qui figurent dans la fiche technique du produit.



### 1.7.1.2 Procédé ADR Inashco

Le procédé Advanced Dry Recovery (ADR) Inashco est une technologie créée et développée aux Pays-Bas par une volonté commune entre la "Delft University Technology" et la "Fondel Group" dans l'optique de créer une technique d'extraction unique des métaux non ferreux contenus dans les fractions fines des mâchefers d'incinération. Ce procédé est principalement composé de deux unités : un séparateur ADR et une unité de valorisation [80, 81].

#### 1.7.1.2.1 Séparateur ADR

Le séparateur ADR est une unité de traitement qui utilise l'énergie cinétique pour briser la liaison existante entre l'eau et les particules fines. A travers l'ADR, il y a une séparation physique entre les particules fines et celles qui sont larges. Ainsi, le processus de séparation (tambours magnétiques et séparateurs à courants de Foucault conventionnel) peut s'effectuer convenablement [8]. L'unité peut être soit associée à une usine de traitement conventionnelle existante, soit autonome (Fig 1.16) [7].

L'unité ADR permet une séparation physique des matériaux humides (en moyenne 20% [7]) jusqu'à 2 mm sans aucune forme de séchage ou d'addition d'eau et d'adjuvants chimiques [8]. Des études antérieures ont montré que le taux de récupération de l'aluminium métal dans la fraction 2-8 mm des mâchefers d'incinération a augmenté à 89% après un traitement à travers l'unité ADR, comparé à 37% dans le cas d'un procédé de traitement conventionnel [8].

#### 1.7.1.2.2 Unité de valorisation

L'unité de valorisation a pour rôle de poursuivre la séparation et de nettoyer le concentré de métaux non-ferreux, dans l'optique de le rendre aussi pur que possible pour être recyclé dans la filière sidérurgique [81].

Dans son procédé de séparation, l'ADR Inashco traite directement les émissions de poussières et de gaz, limite la formation de certaines réactions chimiques (corrosion de l'aluminium) et les taux de concentrations des métaux potentiellement polluants; ceci va permettre de diminuer considérablement la période de stockage des mâchefers en maturation [80, 81]. Dans le respect de la norme européenne EN 12620 et des exigences de la directive technique "CUR Aanbeveling 116", Inashco a développé une fiche technique du produit sur la base de la fraction minérale obtenue pour une utilisation dans la confection des ouvrages en béton aux Pays-Bas et labellisée par la certification KOMO (§ Annexe B.2, page 202) [81].

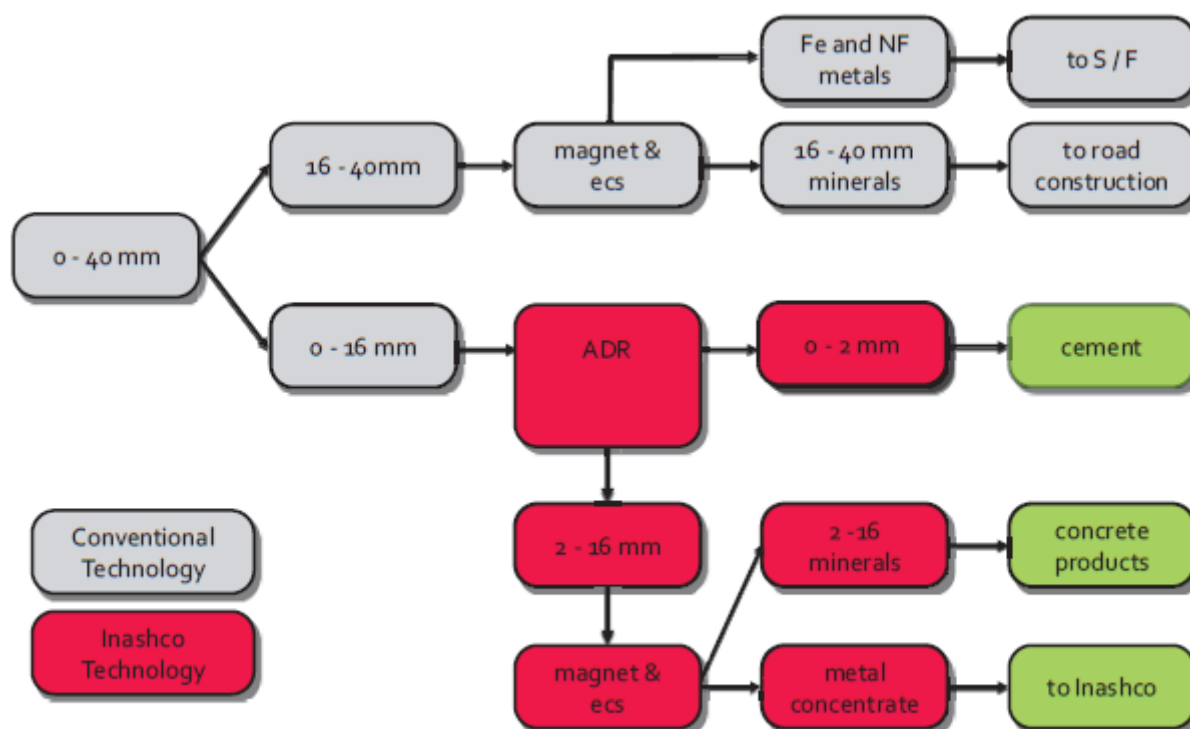


FIGURE 1.16 – Synoptique du procédé de séparation ADR-Inashco [82]

## 1.7.2 Procédés de séparation par voie humide

Le procédé de séparation par la voie humide est un procédé où l'eau joue un rôle essentiel dans les différentes étapes du processus de séparation de la fraction minérale, des particules métalliques et des sels solubles.

### 1.7.2.1 Procédé Indaver

Le traitement des mâchefers par le procédé Indaver est une technique qui repose principalement sur le criblage, le lavage et la séparation des matériaux granulaires de ceux métalliques (Fig. 1.17) [37, 83]. Il permet d'optimiser l'extraction de la matière organique et des sels solubles contenus dans les mâchefers par le processus de lavage.

Dans un premier temps, les particules très larges et les pierres sont retirées des matériaux bruts. Les mâchefers sont par la suite, criblés et lavés sur un tamis d'un diamètre de 50 mm, pour extraire les particules dont la fraction granulaire est supérieure à 50 mm. Grâce à des aimants, les métaux ferreux sont extraits sur cette fraction et les matériaux restants sont dirigés une fois de plus vers l'incinérateur. Dans un second temps, les particules inférieures à 50 mm passent à travers un bassin rempli d'eau, pour séparer les granulats de la matière organique. Un second dispositif de criblage et lavage est placé pour séparer les particules des fractions granulaires 6-50 mm ; 2-6 mm et inférieures à 2 mm. Les métaux ferreux et non-ferreux sont extraits des fractions



granulaires 6-50 mm et 2-6 mm respectivement par des barres magnétiques et des séparateurs à courants de Foucault. Enfin, les particules inférieures à 2 mm sont séparées en deux fractions granulaires : la fraction sablonneuse 0.1-2 mm et la fraction inférieure à 0.1 mm qui est mise en décharge sans aucune forme de stabilisation [83].

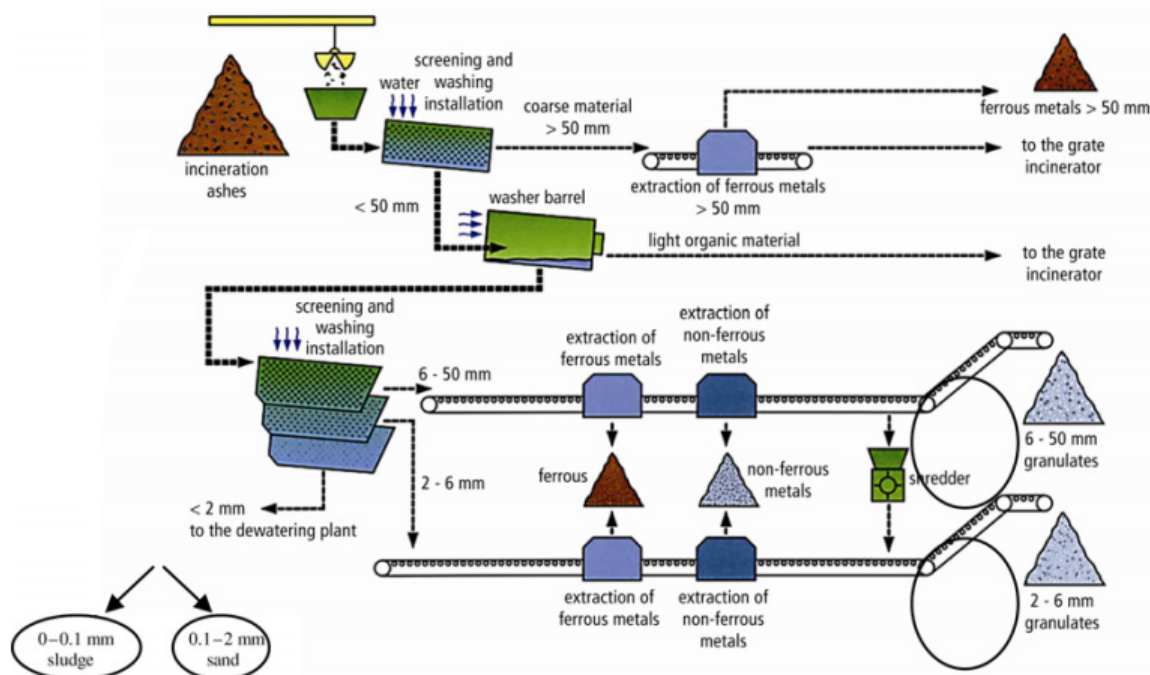


FIGURE 1.17 – Schéma du traitement des mâchefers par le procédé Indaver [83]

De plus, les matériaux des fractions granulaires 6-50 mm et 2-6 mm sont entreposés dans des espaces appropriés (à l'air libre) sujets aux intempéries pendant 3 mois pour mûrir [83]. Après cette période de maturation, les taux de concentrations des lixiviats sont comparés aux valeurs limites pour une utilisation comme matériaux granulaires secondaires dans le secteur de la construction.

### 1.7.2.2 Procédé par voie humide AEB

Ce procédé de séparation par la voie humide est une technique qui a été expérimentée dans l'usine d'incinération de Afval Energie Bedrijf (AEB) aux Pays-Bas. Il repose principalement sur une séparation physique selon la taille, la densité, les propriétés magnétiques et conductrices des particules [6, 77]. Le synoptique de ce procédé de séparation par voie humide est présenté dans la figure 1.18.

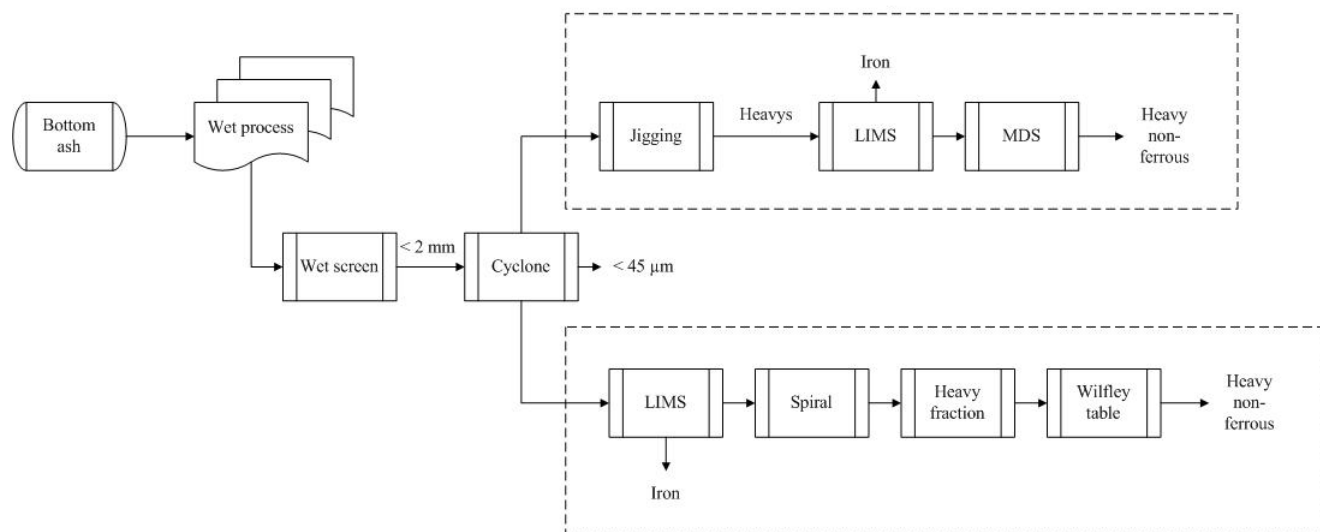


FIGURE 1.18 – Synoptique du procédé de séparation par la voie humide de l'AEB [7]

Le procédé subdivise les MIDND en plusieurs fractions (0-2 mm, 2-6 mm, 6-20 mm et 20-40 mm) avec un facteur de 2 entre les limites granulaires, afin d'optimiser la récupération des métaux [6]. Chaque fraction granulaire est traitée séparément par un équipement approprié pour récupérer efficacement les particules métalliques jusqu'à 0.1 mm [7]. La fraction 0-45 $\mu$ m est mise en décharge car elle contient des proportions élevées de matières organiques et de métaux lourds [6]. Des équipements spécifiques de séparation ont été utilisés pour les fractions granulaires 0-2 mm et 2-6 mm tandis que les tambours magnétiques et séparateurs à courants de Foucault standards ont été utilisés pour les fractions plus larges (6-20 mm et 20-40 mm). Le tableau 1.23 présente les différents équipements spécifiques utilisés pour le traitement des fractions des mâchefers d'incinération dans les fractions 0-2 mm et 2-6 mm.

Tableau 1.23 – Différents équipements du procédé AEB utilisés dans les fractions 0-2 mm et 2-6 mm [6]

Frange granulaire	Appareillage
Fraction 0-2 mm	Hydrocyclone
	Séparateur par gravité
	Séparateur magnétique à faible intensité
	Table vibrante
Fraction 2-6 mm	Séparateur par gravité cinétique
	Séparateur à courant de Foucault humide

Le synoptique de traitement de la fraction 0-2 mm est présenté dans la figure 1.19.

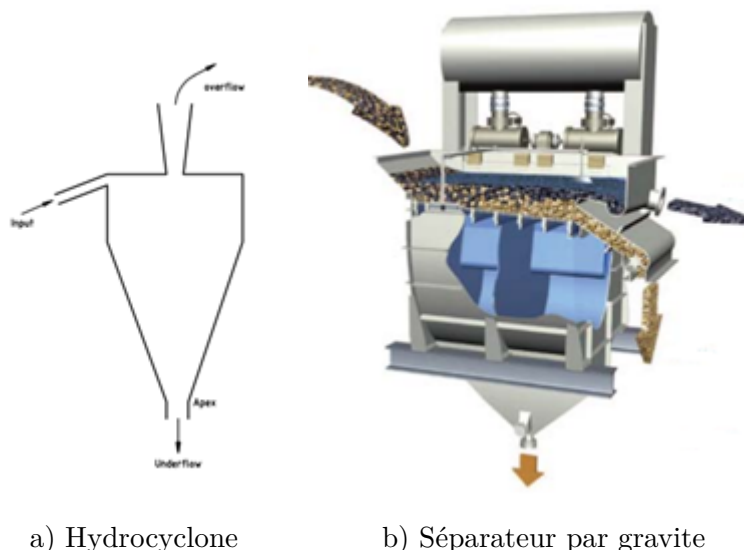


FIGURE 1.19 – Principe du mode de séparation de la fraction 0-2 mm [6]

La séparation des métaux ferreux s'effectue dans la fraction 2-6 mm à l'aide d'un séparateur gravitaire cinétique. Le prototype utilisé se compose d'une coque métallique en deux parties de forme cylindrique, la première ayant un diamètre intérieur de 100 cm et de hauteur 100 cm et la seconde partie ayant un diamètre cylindrique de 60 cm. Une roue à palettes qui est placée à l'intérieur des cylindriques, comportant 6 compartiments où les particules sont collectées (Fig. 1.20). La vitesse maximale de chute des particules dans l'eau est le principe utilisé dans le cadre de cette séparation. L'eau est injectée au niveau des palettes qui tournent autour d'un axe vertical, à une vitesse constante. Lorsque les particules sont introduites par une trémie d'alimentation située au-dessus du séparateur, leur vitesse maximale spécifique engendrée par la vitesse de rotation des pâles et la hauteur de chute des particules déterminent le compartiment dans lequel les particules ayant les mêmes caractéristiques (densité, taille, dimension) vont se déposer. Les particules métalliques lourdes vont se déposer dans le premier compartiment, les métaux légers, la matière minérale et les verres vont se déposer quant à eux dans le deuxième et le troisième compartiment tandis que les particules légères et les matières organiques vont se déposer dans les trois derniers compartiments [6].

Quant aux métaux non-ferreux, leur extraction va s'effectuer à l'aide d'un séparateur à courant de Foucault par voie humide. Le principe de fonctionnement du séparateur à courant de Foucault par la voie humide n'est pas comparable à celui du séparateur standard bien que le séparateur soit le même dans les deux cas. La différence est qu'à l'entrée, les matériaux sont légèrement humidifiés (10 à 15%) et le rotor du séparateur, contrairement à celui de la version standard, va dans la direction contraire du convoyeur. Le moment causé par le champ magnétique du rotor brise le contact entre les particules métalliques non-ferreuses et le tapis. Les particules métalliques non ferreuses désolidarisées du tapis sont collectées en avant du séparateur tandis que les matériaux restants (fraction minérale, etc.) restent collés sur le tapis, et sont retirés en dessous du séparateur [6].



a) Vue de face

b) Vue de dessus

FIGURE 1.20 – Séparateur par gravité cinétique [6]

### 1.7.2.3 Procédé HVC-Dolman

Le procédé HVC-Dolman est une extraction humide des mâchefers d'incinération qui repose sur trois piliers : la séparation granulaire, la réduction du potentiel polluant et enfin la récupération des métaux non ferreux [84].

Les mâchefers d'incinération sont criblés en deux fractions (4-15/20 mm et une fraction  $63 \mu\text{m} - 4 \text{ mm}$ ), puis lavés pour éliminer les sels solubles dissous et la matière organique. Chaque fraction est nettoyée pour avoir des granulats propres et viables pour une valorisation en substitution aux granulats naturels dans la construction. Les boues (fractions très fines) obtenues sont séchées avant d'être disposées dans les sites appropriés [84].

### 1.7.2.4 Autres méthodes

Au regard de la littérature scientifique, il existe cependant d'autres techniques complémentaires qui permettent aussi d'optimiser le taux de récupération des particules non ferreuses dans les fractions fines des mâchefers d'incinération.

- Séparation par l'effet Magnus.

Ce procédé de séparation consiste à faire passer des matériaux à proximité d'un rotor rapide afin de créer une rotation sélective des particules non ferreuses, de manière à les détourner du flux par l'effet Magnus. Il est approprié pour les particules de diamètre compris entre 0.2 mm et 2 mm [85].

- Séparation à courant de Foucault inversé.

Ce séparateur contrairement au séparateur à courant de Foucault standard, est composé d'un pôle magnétique qui tourne dans le sens contraire des aiguilles d'une montre [86]. Des études antérieures ont montré que le taux de récupération des particules métalliques peut être considérablement amélioré lorsque le pôle magnétique tourne dans le sens contraire [87].

Une comparaison sur les différents procédés de traitement des mâchefers d'incinération avec leurs taux de récupération des particules métalliques est présentée dans le tableau 1.24.

Tableau 1.24 – Plan comparatif des différents procédés de traitement des mâchefers [7]

Technologies de traitement des MIDND	Équipements	Traitement fraction < 2 mm	Taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux (%)	Références
Procédé standard	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Criblage à sec</li> <li>– SCF</li> <li>– Tambours magnétiques</li> </ul>	Aucun	Al/MIDND (1%)	[2, 46]
Procédé ADR-Inashco	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Criblage à sec</li> <li>– Séparateur ADR</li> <li>– Séparateur air</li> <li>– Aimants</li> </ul>	Aucun	Al/Al (89%)	[8]
Procédé AEB humide (2007)	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Criblage à eau</li> <li>– Cyclones</li> <li>– SCF</li> <li>– Séparateur cinétique</li> <li>– Tambours magnétiques</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Séparateur gravitaire</li> <li>– Aimants</li> </ul>	Al/MIDND (1.62%)	[7, 46, 77]
Procédé Indaver	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Criblage à eau</li> <li>– Aimants</li> <li>– SCF</li> </ul>	Aucun	Fe/MIDND (9%) NF/MIDND (1.6%)	[37, 83]
Procédé HVC (pré traitement)	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Criblage eau</li> <li>– Nettoyage</li> <li>– Aimants</li> <li>– SCF</li> </ul>	Aucun	Fe/MIDND (0.7%) NF/MIDND (0.5%)	[37, 84]
Procédé Magnus			Al/MIDND (1.77%)	[46]
Astrup et al (2007)			Fe/MIDND (3.6-6.9%)	[46]
Lamers (2008)			Fe/MIDND (8%)	[46]
Barcellesi (2008)			Fe/MIDND (8%)	[46]

D'une manière générale, il ressort que les procédés de traitement améliorés permettent d'optimiser au mieux l'enlèvement des métaux ferreux et non-ferreux, contrairement aux techniques conventionnelles afin d'obtenir une fraction minérale pure recyclable dans la construction. De plus, les procédés de séparation par voie humide à travers le processus de lavage améliorent considérablement la qualité de la fraction minérale, dépourvue au mieux des sels solubles (chlorures et sulfates) et de la matière organique. Néanmoins, ce procédé induit inévitablement des coûts supplémentaires sur le traitement des eaux de lavage polluées en sels solubles, par rapport

aux procédés de traitement par voie sèche.

Il convient également de noter qu'il n'existe pas de traitement spécifique pour les mâchefers de fraction inférieure à 2 mm dans les procédés de séparation par voie sèche. Par ailleurs, le procédé de séparation par voie humide AEB, à travers des équipements spécifiques, permet d'extraire efficacement les particules métalliques et la matière organique de cette fraction minérale.

## 1.8 Conclusions

Ce chapitre avait pour objectif de faire une revue de la littérature sur l'élaboration des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux et de recenser les pistes de valorisation majeures actuelles, tout en indiquant le cadre réglementaire et législatif de leur utilisation. Les principaux enseignements, socle de base pour une bonne compréhension de ce matériau granulaire, avant toute valorisation dans le secteur de la construction se déclinent comme suit :

- i) Les mâchefers d'incinération sont des matériaux granulaires alternatifs bien connus dans le monde et les principaux producteurs en Europe sont l'Allemagne, la France, les Pays-Bas et le Danemark. La collecte sélective des déchets en amont, le choix de l'incinérateur, le mode de refroidissement et le temps de maturation sont des paramètres qui influencent la composition des mâchefers en sortie de traitement. Bien que ces paramètres jouent un rôle dans les proportions massiques des éléments présents dans les mâchefers, les composants majoritaires identifiés sont le silicium, le calcium, l'aluminium, le fer, le magnésium et le potassium. Les phases minérales présentes sont le quartz, la calcite, le corindon et les oxydes de fer. Les paramètres physiques et géotechniques des mâchefers sont similaires aux graviers et sables naturels, exceptés les coefficients d'absorption en eau et les valeurs de pertes au feu qui sont très élevés par rapport à ces granulats naturels. Chaque pays producteur des MIDND a défini un cadre réglementaire et législatif, tant sur son utilisation comme matériaux secondaires alternatifs que sur sa mise en dépôt dans les sites d'enfouissement. La non uniformisation de ces textes en Europe et parfois dans les régions d'un même pays (USA, Belgique) ne favorisent pas toujours sa valorisation dans le secteur de la construction.
- ii) Il existe de nos jours des filières de valorisation des mâchefers d'incinération dans le secteur de la construction. La principale piste de recyclage des MIDND en Europe est la construction routière qui est encadrée par plusieurs textes, pour éviter le potentiel de lessivage des métaux lourds polluants dans l'environnement. Les Pays-Bas sont les premiers en 2012 à élaborer des directives qui encadrent l'utilisation des mâchefers dans les matériaux cimentaires. Par ailleurs, plusieurs études ont montré qu'en fonction de leur composition chimique et minéralogique, les MIDND pouvaient être utilisés dans les céramiques, la fabrication du ciment, et comme des granulats en substitution partielle ou totale des granulats naturels.
- iii) Des pathologies ont été identifiées lorsqu'on recycle les MIDND dans la matrice cimentaire. On distingue entre autre la réaction alcali-silice, l'ettringite secondaire, la formation du gel d'aluminium. Toutes ces pathologies sont la cause des mauvaises propriétés mécaniques des bétons contenant les MIDND, comparativement aux bétons standards et de la durabilité

des ouvrages. La formation du gel d'aluminium est la pathologie la plus sévère de toutes celles identifiées dans la littérature scientifique.

- iv) Les techniques conventionnelles de traitement des mâchefers, communément utilisées dans la plupart des usines d'incinération et des installations de maturation, ne sont pas adaptées pour la récupération des métaux ferreux et non-ferreux dans les fractions fines. Par conséquent, de nouvelles technologies, beaucoup plus éprouvées, ont vu le jour pour améliorer la qualité des MIDND, avant toute valorisation dans les matériaux cimentaires.
- v) Deux procédés de séparation par voie sèche ont été identifiés, à savoir le procédé Granova et le procédé ADR-Inashco. Granova est une marque de granulats secondaires alternatifs issue des agrégats de mâchefers et en moyenne 500 000 tonnes de matériaux sont produits aux Pays-Bas pour être valorisés dans le secteur de la construction. Quant au procédé ADR-Inashco, le taux de récupération des particules d'aluminium est évalué à 89% dans la fraction 2-8 mm contrairement à 37% lorsque le procédé de séparation conventionnel est utilisé.
- vi) Concernant les procédés de séparation par voie humide, il existe le procédé AEB, le procédé Indaver et le procédé HVC. Les taux de récupération des métaux ferreux dans les procédés Indaver et HVC sont respectivement de 9% et 0.7% tandis que ceux des métaux non-ferreux sont évalués à 1.6% et 0.5%. Des techniques complémentaires de traitement ont également permis d'évaluer que le taux de récupération des métaux ferreux était en moyenne de 8% pour les procédés Lamers et Barcellesi et de 3.6-6.9% pour le procédé Astrup et al. Par ailleurs, le taux d'extraction de l'aluminium à travers le procédé Magnus est évalué à 1.77%.

## Méthodologie de traitement des MIDND développée dans l'étude

Dans ce chapitre, la description explicite de la nouvelle méthodologie de traitement des mâchefers d'incinération développée dans le cadre de cette recherche est présentée. L'objectif visé est de proposer une méthode de traitement des sables de mâchefers concourant à un caractère moins hétérogène et plus compatible des mâchefers dans une finalité d'application dans les matériaux cimentaires. Le procédé va permettre d'améliorer les propriétés des matériaux au sens de l'enlèvement des métaux ferreux et non-ferreux, mais également d'autres caractéristiques essentielles pour une valorisation à plus forte valeur ajoutée que les MIDND standards.



## 2.1 Introduction

Ce chapitre décrit l'élaboration d'une nouvelle méthodologie de traitement sur la fraction granulaire 0-4 mm des mâchefers d'incinération à travers une fraction globale d'entrée 0-20 mm. Cette méthodologie de traitement s'articule autour de la combinaison de deux procédés de séparation distincts par voie sèche, à savoir le procédé BHS-Sonthofen et le procédé STEINERT. Ces procédés de séparation sont communément utilisés dans le recyclage des particules métalliques des véhicules hors d'usage.

Dans un premier temps, nous allons identifier la problématique de l'utilisation des mâchefers d'incinération dans les matériaux cimentaires et justifier le choix méthodologique adopté pour tenter d'apporter des réponses à cette problématique. Dans un second temps, nous allons valider le choix de cette méthodologie de traitement en déterminant les quantités de particules ferreuses et non-ferreuses récupérées sur trois mâchefers d'incinération, préalablement traités à l'aide d'un procédé de séparation standard, identifiés en France et de provenances différentes. Les tonnages des métaux ferreux et non-ferreux récupérés ont été comparés aux valeurs retrouvées dans la littérature scientifique à travers d'autres procédés de traitement.

## 2.2 Identification du problème

Les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux sont des matériaux granulaires qui se composent d'une fraction minérale, de particules ferreuses et non-ferreuses, de matière organique, de débris de verres, d'une fraction soluble, etc.

Les techniques conventionnelles de traitement des mâchefers d'incinération utilisées dans la plupart des pays européens (Fig. 1.3, page 10) sont des procédés de séparation par voie sèche, qui permettent de récupérer les particules métalliques dans les résidus [7]. Ce procédé de séparation par voie sèche est efficace pour la récupération des particules métalliques dans les fractions grossières [8]. Par conséquent, cela facilite le recyclage des fractions larges de MIDND dans le secteur de la construction.

Cependant, le recyclage des fractions granulaires ( $< 6$  mm) de mâchefers d'incinération dans les matériaux cimentaires fait face à des contraintes considérables :

- i) Les procédés de traitement standards des MIDND ne sont pas adaptés pour récupérer les métaux non-ferreux, principalement l'aluminium métal à cause de leur taux d'humidité [7]. Ainsi, la présence de ce composé dans cette fraction va engendrer la formation du gel d'aluminium, responsable de la baisse des résistances mécaniques des matériaux cimentaires contenant les mâchefers d'incinération [69, 70, 71]. De plus, la présence des composés de zinc et cuivre vont contribuer à retarder le temps de prise du ciment [49, 53].
- ii) La fraction 0-2 mm des mâchefers est fortement chargée en métaux lourds, en fractions solubles et en matières organiques [6, 52]. La présence des ions sulfate en forte concentration associés avec les hydroxydes d'aluminium peuvent former de l'ettringite secondaire qui va également conduire à la chute des résistances mécaniques [57, 69]. La présence de la matière organique va avoir un impact négatif sur la durabilité des ouvrages [6].

iii) L'absence de traitement spécifique pour les fractions inférieures à 2 mm dans les procédés de séparation par voie sèche [7].

Par ailleurs, la fraction 0-2 mm des mâchefers d'incinération représente la part la plus importante (en moyenne 40% en proportions massiques du tonnage) de la fraction 0-20 mm [6]. Ainsi, le stockage de cette fraction dans les décharges appropriées poserait donc un réel problème environnemental, bien que parfois des traitements sont effectués pour stabiliser les mâchefers lorsque les exigences environnementales ne respectent pas la réglementation en vigueur.

En considérant également que certains minéraux s'agglomèrent avec la fraction minérale pendant les phases d'incinération et de maturation, il convient donc de trouver des voies et moyens pour éliminer tous les indésirables qui se retrouvent dans la fraction granulaire des mâchefers et par conséquent, favoriser sa valorisation dans les applications cimentaires.

## 2.3 Analyse des différentes options de traitement

Pour répondre à ces attentes, des technologies de traitement améliorées ont été développées dans le but d'épurer au mieux les mâchefers d'incinération des métaux ferreux et non ferreux principalement dans les fractions granulaires 0- 2 mm et 2-6 mm (Cf. § 1.7, page 52).

Les procédés de séparation par voie humide sont les seuls à apporter des réponses à la problématique du traitement des mâchefers dans les fractions granulaires inférieures à 2 mm, notamment par le procédé AEB développé aux Pays-Bas [6, 77]. Cependant, ce procédé de séparation où l'eau joue un rôle important dans le traitement peut induire des coûts supplémentaires de traitement des eaux, qui vont être polluées en chlorures, en sulfates et en matières organiques.

Généralement, les traitements appliqués pour améliorer la qualité des mâchefers d'incinération peuvent se regrouper en trois grandes catégories : les traitements physiques, chimiques et thermiques. On peut citer :

- i) Séparation granulaire des fractions fines et des fractions grossières à l'aide des cribles et des tambours [46] ;
- ii) Séparation des particules métalliques et de la fraction minérale à l'aide de séparateurs magnétiques et à courants de Foucault [87, 88] ;
- iii) Lavage à l'eau pour enlever les sels solubles ([53]) et avec des solutions alcalines (NaOH et  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) pour dissoudre les métaux non-ferreux comme l'aluminium ([28, 57] ;
- iv) Maturation pour favoriser la transformation des composés instables en des composés secondaires stables [46] ;
- v) Solidification par vitrification qui permet d'immobiliser les particules métalliques en des composés inertes [46, 51] ;
- vi) Solidification par un traitement hydro-thermal qui permet de stabiliser les métaux lourds présents dans les mâchefers [89, 90].

Éventuellement, il ressort que le choix de traitement à adopter dépend à priori de l'application identifiée pour la valorisation des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux.

## 2.4 Choix et justification de la solution de traitement retenue

Dans le cadre de cette étude expérimentale, il est question de développer une nouvelle méthodologie de traitement en vue d'épurer efficacement les mâchefers d'incinération des métaux ferreux et non-ferreux, tout en produisant une fraction minérale de fraction 0-4 mm plus compatible que les MIDND classiques pour une utilisation dans les applications cimentaires.

Dans ce cas précis, le choix s'est porté sur un procédé de séparation par voie sèche, préféré au procédé de séparation par voie humide, dans l'optique d'éviter les coûts supplémentaires et onéreux que va engendrer le traitement des eaux de lavage polluées en sels solubles.

Cette méthodologie de traitement se subdivise en deux phases :

- i) Une première phase de séparation mécanique, par broyage des particules larges à l'entrée du processus et de récupération des métaux ferreux et non-ferreux, réalisée par la technologie BHS-Sonthofen. Le choix s'est porté sur les machines BHS car elles vont permettre de séparer la fraction minérale et les particules métalliques de manière sélective. Deux fractions granulaires sont issues du broyage : une fraction 0-4 mm fortement majoritaire en proportions massiques et une fraction minoritaire de granulométrie 4-20 mm.
- ii) Une seconde phase de séparation magnétique (enlèvement des métaux ferreux et non-ferreux) dans les fractions 0-2 mm et 2-4 mm à l'aide des tambours et poulies magnétiques, et d'un séparateur à courant de Foucault innovant de type NES 4T de la technologie STEINERT. Une séparation granulaire à l'aide de cribles à 2 mm a été opérée pour faciliter et optimiser l'enlèvement des particules métalliques dans les fractions. Les équipements de STEINERT ont été utilisés dans cette étude car les travaux de Nielsen et al. [66] ont montré l'efficacité de cette technologie dans la récupération des métaux non-ferreux dans la fraction 2-8 mm des MIDND.

Le schéma de la méthodologie de traitement des mâchefers d'incinération développée dans cette étude regroupant les deux procédés de séparation est présenté dans la figure 2.1.

Les deux procédés qui composent notre méthodologie de traitement sont des technologies utilisées communément dans la récupération des particules métalliques à partir des automobiles usagées.

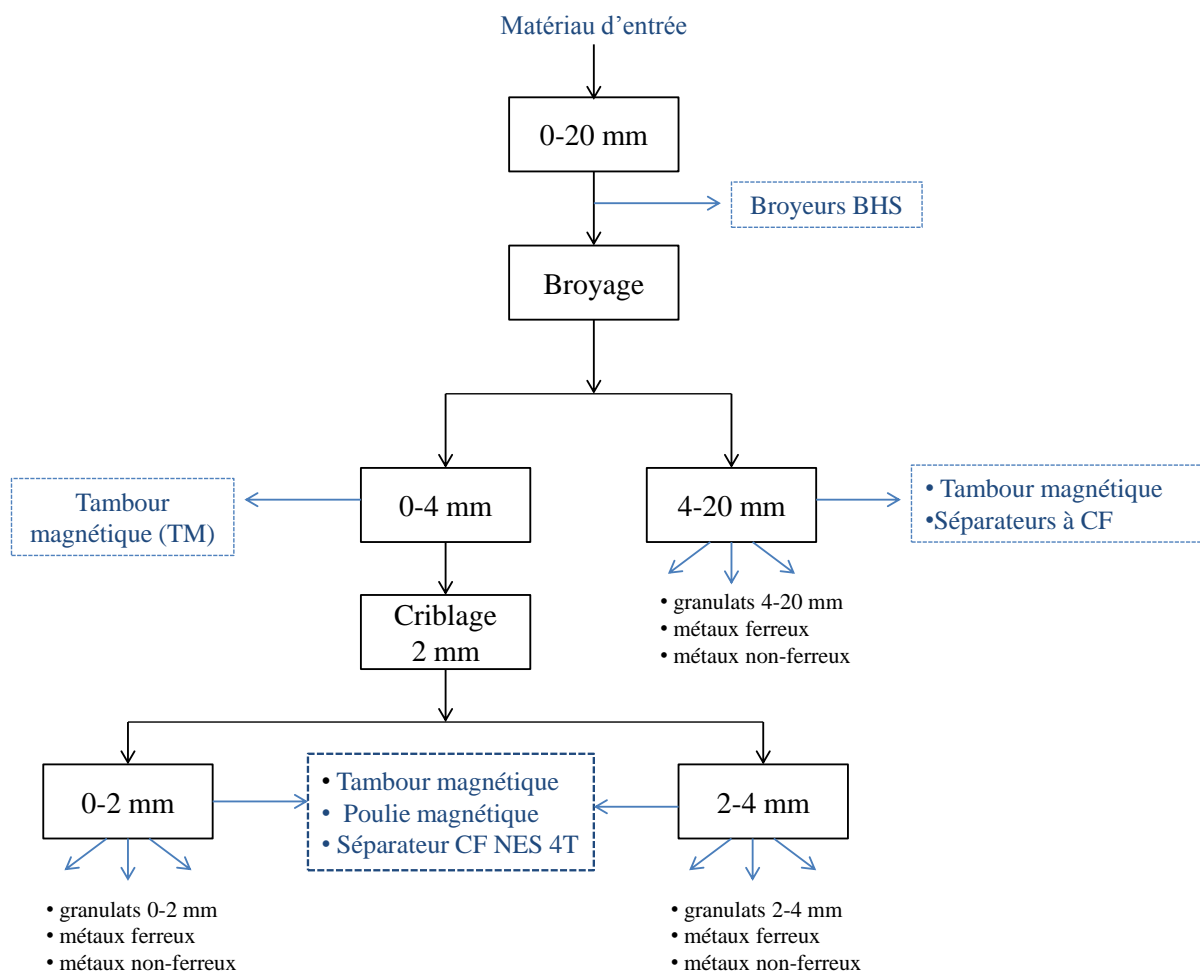
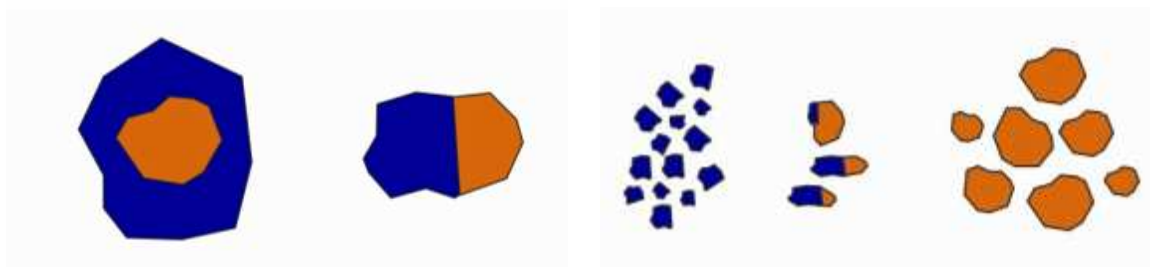


FIGURE 2.1 – Schéma de la méthodologie innovante de traitement des mâchefers d’incinération proposée dans l’étude

### 2.4.1 Séparation mécanique par broyage

Dans le procédé de tri, une bonne séparation des matières nécessite d’avoir préalablement désolidarisé les composants ayant pu, antérieurement, s’agglomérer entre eux (Fig. 2.2).



a) Matériaux agglomérés

b) Matériaux désolidarisés

FIGURE 2.2 – Procédé de broyage des matériaux solidarisés [91]

Par exemple, les travaux de Vries et al. [8] ont montré que le taux de récupération de l'aluminium dans les mâchefers non broyés diminue de 2.25% (à l'état frais) à 1% (après maturation). Par ailleurs, lorsque les mâchefers sont broyés, le taux de récupération de l'aluminium augmente de 0.45% (à l'état frais) à 0.80% (après maturation).

Compte tenu du fait que les mâchefers d'incinération retenus dans l'étude ont mûri à l'air libre pendant 2 à 4 mois et que des minéraux se sont formés lors de la phase de maturation et d'incinération, le choix s'est orienté vers le broyage dans l'optique de désolidariser les particules métalliques des particules minérales et d'optimiser la récupération des métaux ferreux et non-ferreux.

L'effet du broyage va permettre non seulement d'améliorer les processus de criblage et de tri en aval mais aussi, va réduire le potentiel polluant des mâchefers dans les fractions fines. En effet, le broyage des particules larges de mâchefers faiblement chargées en fractions solubles et en matières organiques va réduire la charge polluante des mâchefers dans les fractions fines, initialement fortement chargées.

#### 2.4.1.1 BHS-Sonthofen

A l'aide des machines de concassage BHS, les métaux sont séparés et broyés de manière sélective, les adhérences sont éliminées, ensuite ils sont nettoyés à sec et sont transformés en billes pour faciliter le tri des différentes fractions métalliques. Le choix des machines s'adapte avant tout relativement aux propriétés du produit entrant (granulométrie maximale) et à l'objectif à atteindre. On peut regrouper ces machines en deux grandes catégories : un broyeur primaire pour les particules grossières (Rotorshredder de type RS et PB) et un broyeur secondaire / tertiaire pour les particules fines (concasseur VSI à rotor centrifuge type RSMX et un impacteur à rotor type RPMV) (Fig. 2.3).

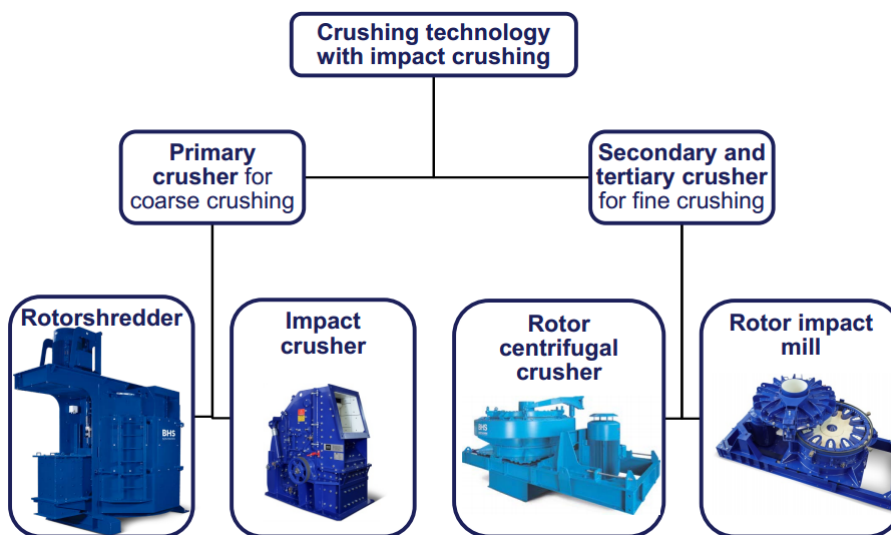


FIGURE 2.3 – Machines de broyage et concassage BHS-Sonthofen [91]

Compte tenu de la granulométrie maximale des mâchefers d'incinération retenus dans l'étude (20 mm), les machines utilisées pour le broyage sont le concasseur VSI à rotor centrifuge type RSMX et l'impacteur à rotor type RPMV (Fig. 2.4).

### 2.4.1.1.1 Impacteur à rotor type RPMV

La vitesse circonférentielle du rotor génère une force centrifuge, qui impulse une énergie importante aux produits entrants de dimension comprise entre 0-4 mm et pouvant même atteindre 22.4 mm [92]. Ceux-ci sont alors soumis à un traitement sélectif de percussion et de cisaillement dans l'impacteur à rotor à l'aide des outils de concassage. La rotation provoque un interstice presque permanent entre les pointes des marteaux en forme de fer à cheval et la plaque d'usure profilée. Dès que les matériaux sont assez petits pour passer par cet interstice, ils sont évacués de la chambre de broyage et les composants ayant des caractéristiques différentes sont séparés les uns des autres.

### 2.4.1.1.2 Concasseur VSI à rotor centrifuge RSMX

Le concasseur VSI à rotor centrifuge (type RSMX) est un concasseur à arbre vertical, avec une capacité de débit variant de 30 à 400 t/h en fonction du type [93]. Il est approprié pour tous les types d'agrégats minéraux, même pour les matériaux entrants très durs, de dimensions allant de 0 à 63 mm (en présence des particules métalliques) et pouvant même atteindre 80 mm (sans les particules métalliques) [91]. Chaque granulat du produit entrant est soumis à une grande accélération dans le rotor à double-chambre, puis projeté contre une paroi d'impact fixe. La paroi d'impact peut être composée d'une plaque d'usure ou d'un lit de sable.

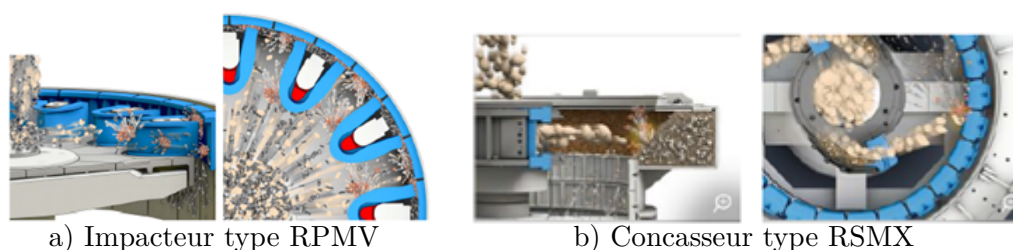


FIGURE 2.4 – Broyeurs et concasseurs BHS-Sonthofen [94]

Le broyage des mâchefers d'incinération à l'aide de la technologie BHS-Sonthofen a permis d'élaborer une fraction de sable 0-4 mm et une fraction de gravier 4-20 mm. Les métaux ferreux et non-ferreux de la fraction 4-20 mm ont été récupérés, respectivement à l'aide des tambours magnétiques et des séparateurs à courants de Foucault standards tandis que la fraction 0-4 mm a été uniquement traitée à l'aide d'un tambour magnétique.

Après cette phase de broyage et de récupération des particules métalliques par le procédé BHS-Sonthofen, les mâchefers d'incinération de fraction fine (0-4 mm) vont poursuivre le processus de traitement avec des séparateurs magnétiques spécifiques de STEINERT. Dans le but d'optimiser la récupération des particules métalliques, les matériaux ont été criblés en deux fractions 0-2 mm et 2-4 mm.

## 2.4.2 Séparation magnétique

La séparation magnétique sur les fractions 0-2 mm et 2-4 mm a été effectuée par le procédé STEINERT. Il est composé principalement des séparateurs magnétiques (tambours et poulies magnétiques), pour récupérer les éléments ferreux, et des séparateurs à courants de Foucault

spécifiques de type NES 4T pour extraire les métaux non-ferreux [95].

#### 2.4.2.1 Tambours et poulies magnétiques

On distingue deux types de tambours magnétiques chez STEINERT : les tambours à pôles radiaux de type S alimentés par le haut et les tambours magnétiques à pôles axiaux de type Q alimentés par le bas (Fig. 2.5).

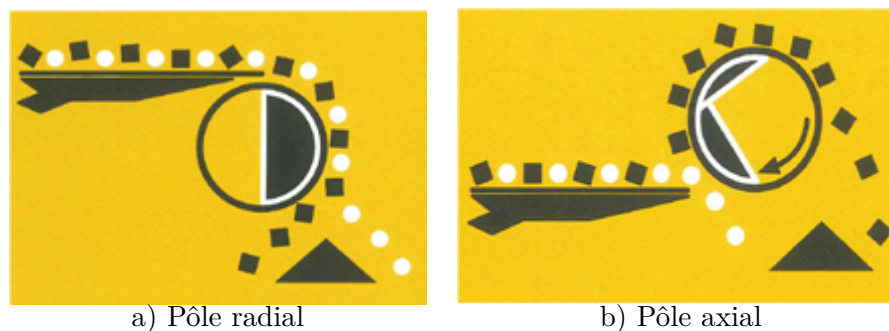


FIGURE 2.5 – Tambours magnétiques STEINERT [95]

Les tambours à pôles radiaux sont ceux retrouvés dans la plupart des usines de traitement des mâchefers. Quant aux tambours à pôles axiaux, ils sont appropriés pour la récupération et le nettoyage des métaux pour leur donner aussitôt une seconde vie [96]. Le premier pôle axial permet de soulever les produits ferreux, et les autres servent au basculement et au nettoyage de la matière tandis que les tambours à pôles radiaux, les pièces métalliques sont attirées vers le cylindre du tambour et transportées à l'endroit où le noyau magnétique s'arrête. Les tambours magnétiques peuvent être faits d'aimants en alliage néodyme-fer-bore lorsque les champs magnétiques très puissants sont nécessaires.

Dans cette étude, le choix s'est orienté vers des tambours magnétiques à pôles axiaux pour récupérer les produits ferreux purs, destinés à être recyclés et des poulies magnétiques pour récupérer les produits ferreux impurs appelés communément dans le jargon industriel " poussières ferraliques" qui ne sont pas encore à ce jour commercialisables auprès des marchands de ferrailles. Grâce aux aimants en alliage néodyme-fer-bore, la poulie magnétique a permis de récupérer les particules métalliques fines, extrêmement fines et même celles qui sont légèrement magnétisées [95].

Les équipements de STEINERT sont retenus dans le cadre de cette étude car les travaux de Nielsen et al. [66] ont montré l'efficacité de ce système dans la récupération des particules d'aluminium contenues dans la fraction 2-6 mm des MIDND.

#### 2.4.2.2 Séparateurs à courant de Foucault NES 4T

D'une manière générale, il existe deux types de séparateurs à courant de Foucault : les séparateurs à pôles magnétiques centrés et ceux à pôles excentrés.

Le séparateur à courant de Foucault NES 4T à pôles magnétiques excentrés (Fig. 2.6) est un séparateur à courant de Foucault à pôle excentré, développé par l'entreprise STEINERT, dont la vitesse de rotation du pôle peut atteindre 4000 tours/minute contrairement aux 2600 tours/minute des séparateurs standards et atteindre des fréquences de 1.27 kHz [96].

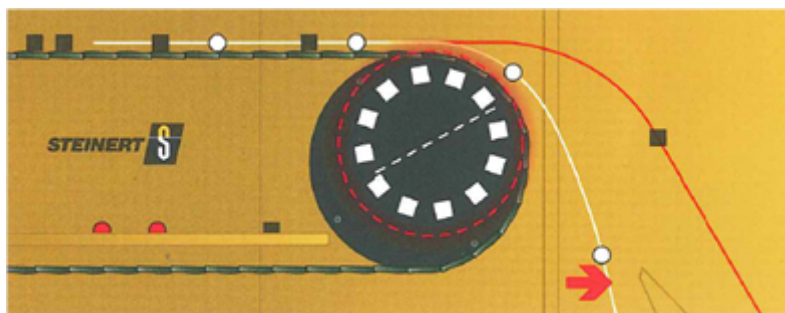


FIGURE 2.6 – Séparateur à courant de Foucault NES 4T à pôles excentrés ([95])

Ce système à pôles magnétiques excentrés garantit un effet maximum seulement au moment de la séparation, et aucun champ magnétique n'est généré aux autres endroits du tambour de courroie. Quant aux systèmes à pôles magnétiques concentrés, l'effet du champ magnétique commence souvent trop tôt c'est-à-dire que les particules non-ferreuses s'éloignent trop tôt du champ magnétique et ne sont déviées que de manière insuffisante. Ce séparateur permet d'accroître le taux de récupération des métaux non-ferreux de l'ordre de 20 à 30% contrairement aux séparateurs à courant de Foucault Standard [96].

## 2.5 Validation de la méthodologie de traitement proposée et résultats obtenus

### 2.5.1 Description et provenance des matériaux de l'étude

Dans le cadre de cette recherche, trois mâchefers d'incinération de déchets non dangereux ont été identifiés pour valider le choix méthodologique du traitement dans l'étude. Une caractérisation complète va permettre l'évaluation d'une éventuelle variabilité des caractéristiques qui sont fonction de plusieurs paramètres (nature des déchets entrants, technique d'incinération, plateforme d'élaboration, etc.). Par conséquent, une classification des mâchefers d'incinération suivant leurs propriétés physiques, chimiques et environnementales pourra être effectuée avant tout recyclage dans les applications cimentaires. Ces mâchefers d'incinération proviennent d'usines d'incinération en France et dénommés pour des raisons de confidentialité MAC-H, MAC-S et MAC-A. Les usines d'incinération d'où proviennent les mâchefers MAC-H et MAC-S sont situées dans la région "Hauts-de-France" tandis que l'usine d'incinération du type MAC-A est située en "Île-de-France". Les trois types de mâchefers ont été traités préalablement par le procédé de séparation conventionnel présenté dans la figure 1.1.

#### 2.5.1.1 Mâchefers MAC-H

Après une phase de pré-traitement dans l'usine, le matériau est passé par une IME pour subir une période de maturation de deux mois afin de continuer le processus d'élaboration de la grave de mâchefers. Les mâchefers reçus pour l'étude présentaient globalement une granulométrie de l'ordre de 0-20 mm, une teneur en eau en moyenne de 8% et une présence de nombreux débris de verres, de céramiques, de piles usagées et de fragments de sachets plastiques souples (Fig. 2.7).





FIGURE 2.7 – MAC-H fraction 0-20 mm et débris &gt; à 20 mm

### 2.5.1.2 Mâchefers MAC-S

Les mâchefers MAC-S sont également passés à travers des aimants de type overband en sortie pour récupérer les particules métalliques. Ensuite, ils sont passés par une phase de maturation qui a duré 4 mois dans une IME. Le matériau de granulométrie 0-20 mm présentait une teneur en eau de 15%. Des débris de verres, de matières plastiques et de particules métalliques ont été identifiés dans les fractions larges, cependant en faibles quantités comparativement au MAC-H (Fig. 2.8).

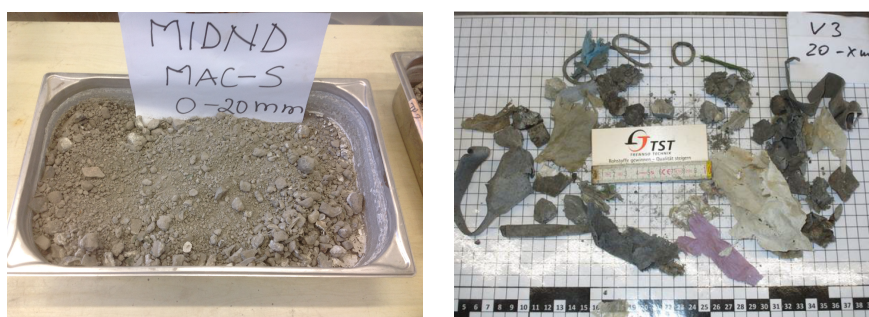
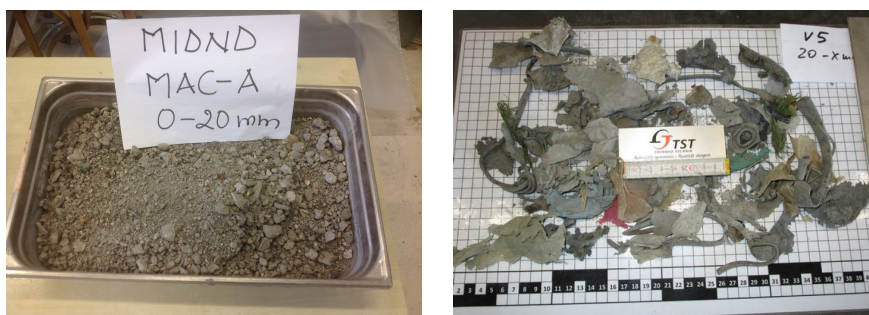


FIGURE 2.8 – MAC-S fraction 0-20 mm et débris &gt; à 20 mm

### 2.5.1.3 Mâchefers MAC-A

A la sortie de l'incinérateur, les mâchefers MAC-A sont passés à travers des tambours magnétiques pour la récupération des particules métalliques. Par ailleurs, les matériaux ne sont pas passés par une IME pour continuer le processus d'élaboration de la grave de mâchefers mais ont juste été stockés pendant 2 mois dans l'usine pour mûrir. Le matériau présentait une granulométrie de 0-20 mm et une teneur en eau moyenne de 20%. Quelques débris de verres et des déchets plastiques en faible quantité ont également été identifiés (Fig. 2.9).

FIGURE 2.9 – MAC-A fraction 0-20 mm et débris  $>$  à 20 mm

Dans cette étude, tous les matériaux fournis sont considérés comme représentatifs des différents gisements de chacune des usines d'incinération. De plus, les informations fournies par les exploitants de ces usines d'incinération mentionnent que les trois MIDND sont valorisables et peuvent être utilisés comme des matériaux granulaires secondaires pour les applications routières conformément à l'arrêté ministériel français du 18 novembre 2011 [4, 30].

Aucune donnée n'a été obtenue concernant le taux de récupération des particules métalliques sur les différents types de MIDND pendant la phase de traitement. Des études antérieures effectuées à travers des enquêtes auprès des exploitants d'usines d'incinération en France entre 2010 et 2011, ont révélé que les taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux étaient respectivement de l'ordre de 9% et de 1% [2]. Ces données chiffrées sont considérées comme des valeurs référentielles pour des mâchefers d'incinération passés à travers un processus de traitement standard. Les courbes granulométriques des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux reçus dans l'étude sont présentées dans la figure 2.10.

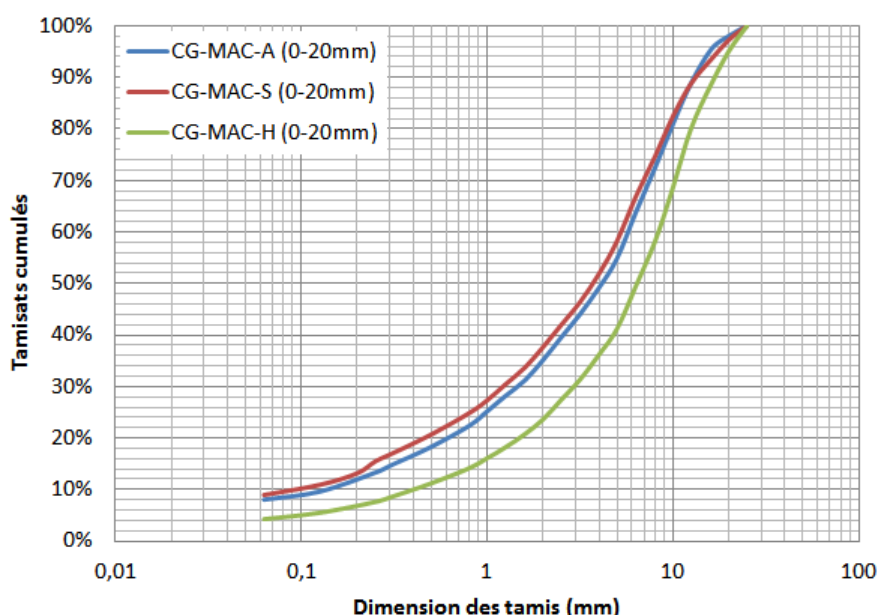


FIGURE 2.10 – Courbes granulométriques de la fraction 0-20 mm des MIDND bruts

A travers l'analyse de la figure 2.10, nous observons que les trois mâchefers bruts à l'entrée de l'étude présentent une granulométrie étalée, avec les proportions en éléments fins de l'ordre de 7.8%, 8.8% et de 4.2% respectivement pour les mâchefers MAC-A, MAC-S et MAC-H. Malgré

les différentes provenances des MIDND, les courbes MAC-A et MAC-S ont sensiblement la même distribution granulaire.

La fraction 0-2 mm représente moins de 30% pour les mâchefers MAC-H et en moyenne 40% pour les MAC-A et MAC-S, en proportions massiques, de la fraction globale 0-20 mm.

## 2.5.2 Résultats obtenus sur les particules métalliques récupérées

Les caractéristiques des MIDND après le broyage sont présentées dans le tableau 2.1. Nous observons que la fraction granulaire 0-4 mm représente la part la plus importante en terme de proportions massiques par rapport à la fraction 4-20 mm. Le passage de la fraction 0-20 mm (l'entrée) à 0-4 mm (la sortie) par le procédé BHS est fonction de l'objectif à atteindre : l'élaboration d'un sable de MIDND à partir de la fraction brute.

Tableau 2.1 – Propriétés des MIDND à la sortie des broyeurs et concasseurs BHS

MAC-H				
Broyeurs	RPMV		RSMX	
Diamètre des grains à l'entrée	0-20 mm (1445 kg)		0-20 mm (1536 kg)	
Diamètre des grains à la sortie	0-4 mm	4-20 mm	0-4 mm	4-20 mm
Pourcentage des fractions	93.8 ± 0.1%	5.3 ± 0.2%	81.5 ± 2.7%	17.4 ± 2.3%
MAC-S				
Broyeurs	RPMV		RSMX	
Diamètre des grains à l'entrée	0-20 mm (1573 kg)		0-20 mm (598 kg)	
Diamètre des grains à la sortie	0-4 mm	4-20 mm	0-4 mm	4-20 mm
Pourcentage des fractions	96.5 ± 0.7%	3.5 ± 0.7%	87.3 ± 1.1%	11.7 ± 1.8%
MAC-A				
Broyeurs	RPMV		RSMX	
Diamètre des grains à l'entrée	0-20 mm (1568 kg)		0-20 mm (1591 kg)	
Diamètre des grains à la sortie	0-4 mm	4-20 mm	0-4 mm	4-20 mm
Pourcentage des fractions	94.7 ± 0.6%	5.2 ± 0.6%	79.5 ± 2.0%	20.1 ± 1.9%

Les taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux sur les trois mâchefers d'incinération à travers la nouvelle méthodologie développée dans cette étude, sont répertoriés dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 – Taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux dans les MIDND étudiés

Références		Taux de récupération en pourcentages massiques			
Séparateurs		Tambours magnétiques	SCF standard	Poulies magnétiques	SCF NES 4T
<b>Procédé BHS-Sonthofen</b>					
<b>MAC-H</b>					
Fraction 0-4 mm	Fe/MIDND	16.1 ± 1.4			
	NF/MIDND	pas de test			
Fraction 4-20 mm	Fe/MIDND	21.3 ± 0.6			
	NF/MIDND			0.9 ± 0.4	
<b>MAC-S</b>					
Fraction 0-4 mm	Fe/MIDND	14.7 ± 5.2			
	NF/MIDND	pas de test			
Fraction 4-20 mm	Fe/MIDND	19.7 ± 0.5			
	NF/MIDND			0.7 ± 0.3	
<b>MAC-A</b>					
Fraction 0-4 mm	Fe/MIDND	17.3 ± 1.4			
	NF/MIDND	pas de test			
Fraction 4-20 mm	Fe/MIDND	23.7 ± 0.4			
	NF/MIDND			0.4 ± 0.2	
<b>Procédé STEINERT</b>					
<b>MAC-H</b>					
Fraction 0-2 mm	Fe/MIDND	pas de granulat		45.1 ± 2.2	
	NF/MIDND			8.2 ± 0.2	
Fraction 2-4 mm	Fe/MIDND	0.2 ± 0.1		17.4 ± 0.3	
	NF/MIDND			4.9 ± 0.7	
<b>MAC-S</b>					
Fraction 0-2 mm	Fe/MIDND	0.3 ± 0.1		49.6 ± 5.1	
	NF/MIDND			6.0 ± 1.7	
Fraction 2-4 mm	Fe/MIDND	0.2 ± 0.1		21.8 ± 0.9	
	NF/MIDND			4.8 ± 2.5	
<b>MAC-A</b>					
Fraction 0-2 mm	Fe/MIDND	pas de granulat		61.2 ± 8.8	
	NF/MIDND			3.4 ± 0.5	
Fraction 2-4 mm	Fe/MIDND	0.7 ± 0.1		22.2 ± 0.5	
	NF/MIDND			4.2 ± 0.9	

Les observations faites sur la méthodologie de traitement des mâchefers d'incinération dans cette étude se résument en ces différents points.

- i) Le broyage de la fraction globale 0-20 mm des mâchefers d'incinération génère en moyenne

un peu plus de 90% et 80% de la fraction 0-4 mm respectivement pour les broyeurs de types RPMV et RSMX, indépendamment de la provenance des mâchefers. Cela va contribuer à une valorisation à plus forte valeur ajoutée pour la fraction sable de mâchefers en substitution du sable naturel.

- ii) Bien que les mâchefers étudiés aient été préalablement traités par le procédé de séparation conventionnel, le broyage a permis de désolidariser les particules métalliques de la fraction minérale et par conséquent, a accru le taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux. A travers le procédé BHS, les quantités de particules ferreuses récupérées par le tambour magnétique sont comprises dans l'intervalle 16.1% – 17.2% pour la fraction 0-4 mm et de 19.7% - 23.7% pour la fraction 4-20 mm des trois mâchefers retenus. A travers le procédé STEINERT, les quantités de particules ferreuses récupérées par les tambours magnétiques sont en moyenne de 0.5% dans la fraction 2-4 mm et quasiment nuls dans la fraction 0-2 mm. Ces faibles proportions de récupération des métaux ferreux purs dans ces fractions (0-2mm et 2-4 mm) à travers le procédé STEINERT s'expliquent par le fait que la plupart des particules métalliques purs (commercialisables) ont été récupérées dans la fraction 0-4 mm à la sortie du broyage par les équipements BHS-Sonthofen.
- iii) Les taux de métaux ferreux impurs récupérés par la poulie magnétique sont de 45.1%, 49.6% et de 61.2% respectivement pour les mâchefers MAC-H, MAC-S et MAC-A dans la fraction 0-2 mm. Par ailleurs, ils sont de 17.4%, 21.8% et 22.2% dans la fraction 2-4 mm. On peut voir dans ces valeurs élevées, le rôle des poulies magnétiques en néodyme-fer-bore qui ont permis d'extraire toutes les petites particules ferreuses, même celles légèrement magnétisées du reste des matériaux entrants. Malheureusement, ces "poussières ferralitiques" qui représentent une quantité importante de matériaux surtout dans la fraction 0-2 mm ne sont pas encore commercialisables à ce jour dans la filière de la ferraille.
- iv) Les taux de récupération des métaux non-ferreux dans la fraction 4-20 mm sont de 0.9%, 0.7% et 0.4% respectivement pour les mâchefers MAC-H, MAC-S et MAC-A. Ces valeurs restent dans la plage des pourcentages des métaux non-ferreux récupérés dans les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux (1%), lorsque les séparateurs à courants de Foucault conventionnels sont utilisés [2]. De plus, ces valeurs se rapprochent aussi des valeurs retrouvées dans le cas des procédés Indaver (1.6%) et HVC (0.7%) [37]. Ces valeurs relativement basses s'expliquent également par l'hypothèse selon laquelle le traitement conventionnel effectué en amont sur les MIDND a permis de récupérer le maximum des métaux non-ferreux, dans la mesure où on se trouve dans les fractions grossières (4-20 mm) [7].
- v) Les taux de récupération des métaux non-ferreux par le SCF NES 4T varient en moyenne de 3.4% à 8.2% pour la fraction 0-2 mm et de 4.2 à 4.9% pour la fraction 2-4 mm. Ces valeurs obtenues sont nettement supérieures à celles retrouvées dans la littérature scientifique dans le cas des procédés HVC (0.7%) et Indaver (1.4%) [37] ainsi qu'aux références normatives françaises, où le taux de récupération des métaux non-ferreux est en moyenne de l'ordre de 1% [2] dans le cas des séparateurs à courants de Foucault standards. Cela montre l'efficacité du séparateur à courant de Foucault NES 4T, avec son système à pôles magnétiques excentrés.

La figure 2.11 montre un aperçu des proportions massiques de particules métalliques récupérées en plus à travers cette méthodologie.

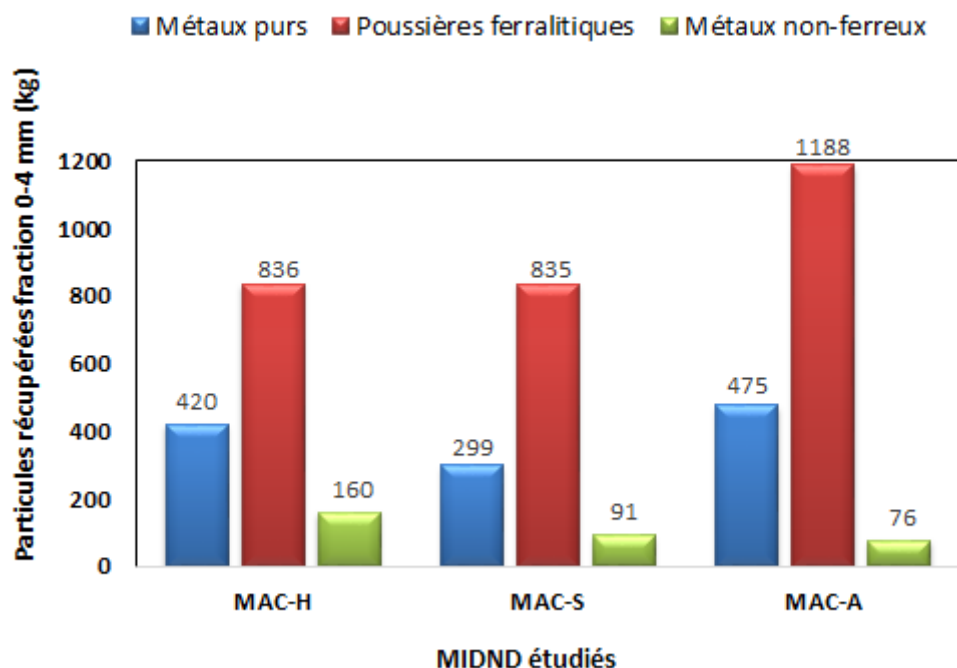


FIGURE 2.11 – Métaux ferreux et non-ferreux récupérés dans les MIDND étudiés

On observe à travers ce graphique que les métaux ferreux impurs (poussières ferralitiques) se retrouvent beaucoup plus dans les fractions fines en des proportions très élevées contrairement aux métaux ferreux purs. Bien que les mâchefers d'incinération aient été préalablement traités, les quantités de particules ferreuses directement commercialisables auprès des exploitants de la ferraille sont évaluées à plus de 1000 kg.

Les métaux non-ferreux récupérés sont évalués à 327 kg pour les trois mâchefers d'incinération. Selon le CEWEP [13], qui estime que les particules d'aluminium représentent en moyenne 60% des métaux non-ferreux, l'on évalue alors en moyenne à 190 kg de particules d'aluminium récupérées dans les matériaux, toute provenance confondue. Cette diminution des fractions de particules d'aluminium dans les mâchefers d'incinération, va contribuer à diminuer la formation du gel d'hydroxyde d'aluminium susceptible de se former dans la matrice cimentaire.

En définitive, la méthodologie de traitement proposée dans le cadre de la présente étude a permis d'accroître le taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux dans les différentes fractions des mâchefers d'incinération. Le tableau 2.3 présente une synthèse entre les proportions massiques de particules métalliques récupérées à travers cette méthodologie dans la fraction 0-4 mm, et les valeurs retrouvées dans la littérature scientifique à travers quelques procédés de traitement. Cependant, il est important de signaler que les valeurs trouvées dans la littérature ne mentionnent pas les fractions granulaires dans lesquelles les particules métalliques ont été extraites.

Tableau 2.3 – Taux de récupération des particules métalliques dans la fraction 0-4 mm

Proportions massiques	MAC-H	MAC-S	MAC-A	Références
Métaux ferreux purs	16.1%	14.7%	17.3%	9% [2, 37] 3.6-6.9%, 8% [46]
Poussières ferralitiques	40.0%	51.3%	54.5%	aucune donnée
Métaux non-ferreux	7.7%	5.6%	3.5%	1% [2] 1.4% [37], 0.5% [84]

Par ailleurs, les analyses chimiques vont permettre de qualifier et de quantifier chaque élément minéral extrait entre l'avant et l'après traitement.

Cette nouvelle méthodologie par voie sèche devrait apporter des avantages sur le plan économique et environnemental, en produisant en même temps une fraction minérale de sable de mâchefers mieux épurée pour une valorisation à plus forte valeur ajoutée dans les applications cimentaires.

Dans l'optique de montrer l'impact positif du choix méthodologique adopté dans cette recherche, une analyse approfondie a été effectuée sur plusieurs paramètres en amont et en aval du traitement proposé. Ces paramètres reposent sur les aspects physico-chimiques, environnementaux et mécaniques des mâchefers d'incinération dans l'optique de montrer réellement la valeur ajoutée du traitement. La figure 2.12 expose les différents indicateurs qui permettront de valider le choix méthodologique de l'étude sur les plans physique, chimique et environnemental.

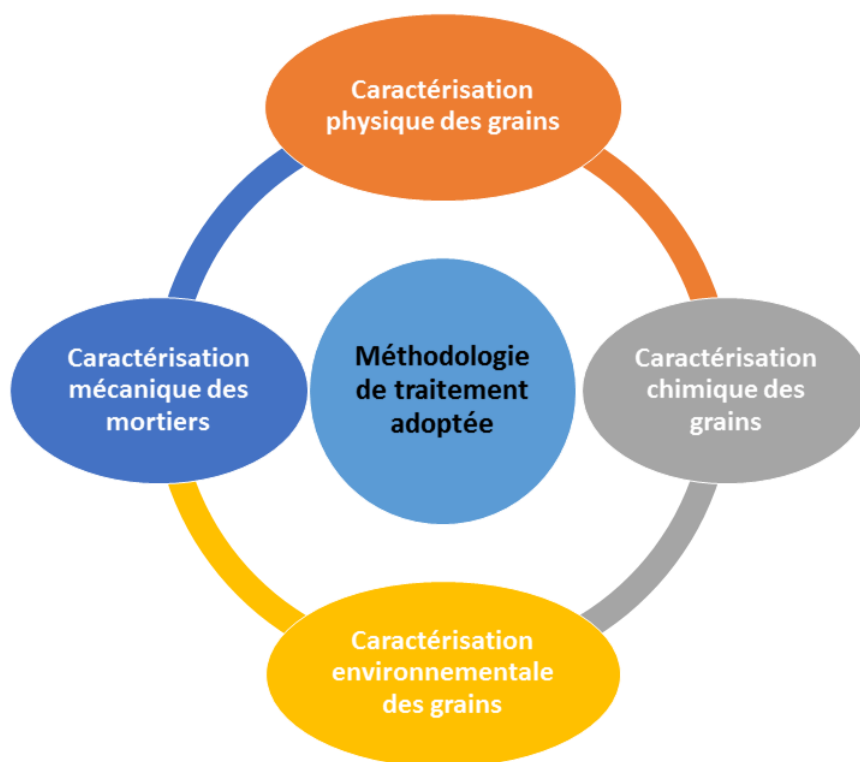


FIGURE 2.12 – Paramètres caractéristiques identifiés pour valider le choix méthodologique

Trois parmi les quatre phases d'étude représentées dans la figure 2.12 (caractérisation physique, chimique et environnementale des grains de mâchefers), sont détaillées dans le chapitre 3 tandis que la phase caractérisation des mortiers à base de mâchefers d'incinération est développée dans le chapitre 4.

## 2.6 Conclusions

Ce chapitre avait pour objectif de présenter la méthodologie de traitement développée dans cette étude pour élaborer un sable de mâchefers mieux épuré que les mâchefers d'incinération standards au sens de l'enlèvement des métaux ferreux et non ferreux.

Pour l'élaboration des sables de mâchefers améliorés, la nouvelle méthodologie de traitement adoptée s'est reposée sur deux technologies distinctes. Le broyage des MIDND par les équipements de BHS-Sonthofen a permis de désolidariser les minéraux des particules métalliques préalablement formés. Les tambours magnétiques à pôles axiaux, les poulies magnétiques en néodyme-fer-bore et le séparateur à courant de Foucault NES 4T à pôle excentré de STEINERT ont permis de récupérer davantage les particules métalliques dans les fractions granulaires 0-2 mm et 2-4 mm.

Les taux de récupération des métaux ferreux dans la fraction 0-4 mm à l'aide des tambours magnétiques sont de 16.1%, 14.7% et 17.3% respectivement pour les mâchefers MAC-H, MAC-S et MAC-A. Par ailleurs, les particules non-ferreuses récupérées sont évaluées à 7.7%, 5.6% et 3.5% pour les trois MIDND étudiés. La poulie magnétique en néodyme fer-bore a aussi permis de récupérer des énormes quantités de poussières ferralitiques comprises dans les intervalles de 40% à 54.5%, principalement dans les fractions 0-2 mm.

Les valeurs quantitatives massiques obtenues des métaux ferreux et non-ferreux récupérés à travers cette méthodologie sont supérieures aux valeurs retrouvées dans la littérature. Les analyses chimiques qui seront présentées dans le chapitre 3 vont permettre de quantifier principalement le taux de récupération de chaque particule métallique, notamment l'aluminium métal dans les mâchefers d'incinération traités.





## Caractérisation des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux

Ce troisième chapitre est consacré à la caractérisation des granulats de mâchefers d'incinération utilisés dans cette étude. Le but est de montrer l'influence de la méthodologie proposée sur les fractions granulaires 0-2 mm et 2-4 mm des mâchefers, à travers une caractérisation exhaustive entre l'avant et l'après traitement. Dans une première partie, les propriétés physiques des différentes fractions granulaires des mâchefers d'incinération sont caractérisées (granulométrie, angularité, densité réelle et absolue, absorption en eau). Les propriétés chimiques sur les matériaux traités et non traités sont déterminées par des essais de fluorescence X et des analyses de minéralisation acide au micro-onde. L'analyse minéralogique a également été effectuée sur les mâchefers traités et non traités de la fraction granulaire 0-2 mm. Dans une seconde partie, la classification environnementale a été effectuée sur les particules de chaque fraction à travers des essais de lixiviation dans l'optique de déterminer les concentrations en éléments toxiques des éluats et de comparer les valeurs obtenues aux valeurs limites en vigueur dans la réglementation française.

### 3.1 Introduction

La caractérisation expérimentale entreprise vise un double objectif. Elle va permettre d'élaborer la carte d'identité des mâchefers traités et non traités, avant toute valorisation dans les applications cimentaires. L'analyse minutieuse des fractions granulaires 0-2 mm, 2-4 mm traitées et non traitées, va permettre de mettre en évidence l'impact positif de la méthodologie de traitement adoptée dans la finalité d'une application en matériau cimentaire. Enfin, les sables de mâchefers élaborés à travers cette méthodologie doivent être positionnés par rapport au sable normalisé EN 196-1 [97], et aux sables naturels communément utilisés dans la région Hauts-de-France.

### 3.2 Préparation des matériaux et protocole d'essais

Les matériaux entrants dans l'étude de fraction 0-20 mm ont été séparés en deux lots représentatifs, à l'aide d'un échantillonneur. Le premier lot a été criblé en plusieurs fractions granulaires : 0-2 mm ; 2-4 mm ; 2-6 mm et 6-20 mm. Cette séparation granulaire permet de qualifier et de quantifier les composantes minérales, organiques et polluantes dans chaque fraction de mâchefers d'incinération. Le second lot représentatif est passé par la méthodologie de traitement développée dans l'étude.

La prise d'essai de matériaux sur chaque fraction granulaire de mâchefers d'incinération a été effectuée au laboratoire conformément à la norme EN 932-2 [98].

Dans la première étape, une caractérisation physique, chimique, minéralogique et environnementale en amont du traitement a été effectuée sur les fractions granulaires 0-2 mm, 2-4 mm, 2-6 mm, 6-20 mm et 0-20 mm de chaque provenance de mâchefers retenue dans l'étude afin de déterminer les propriétés brutes des mâchefers d'incinération en sortie d'usine d'incinération ou de plateforme d'élaboration. Ensuite, les fractions 0-2 mm et 2-4 mm obtenues en aval de la méthodologie proposée ont également été caractérisées. Les résultats obtenus vont permettre de faire une analyse comparative sur le taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux dans les fractions fines à travers cette méthodologie.

La figure 3.1 présente le synoptique descriptif de la caractérisation expérimentale adoptée dans le cadre de cette recherche.

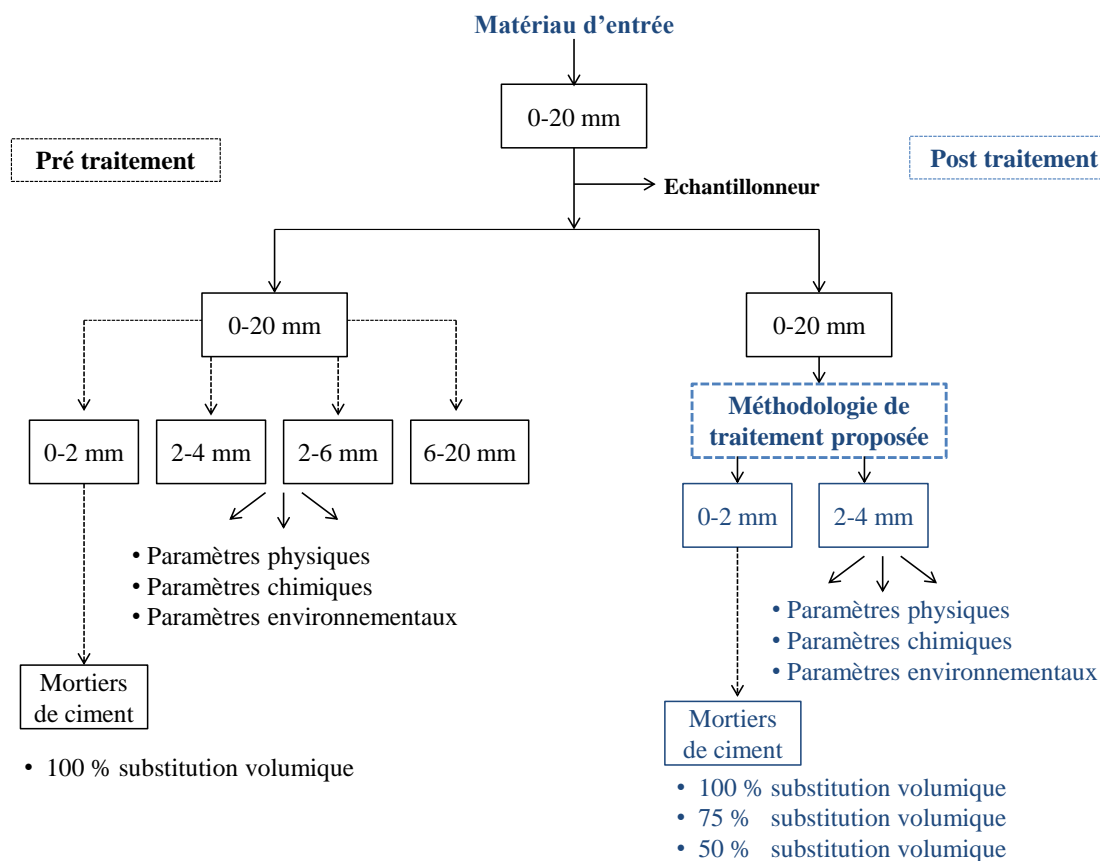


FIGURE 3.1 – Synoptique du protocole expérimental adopté dans cette étude

### 3.3 Caractérisation physique des mâchefers

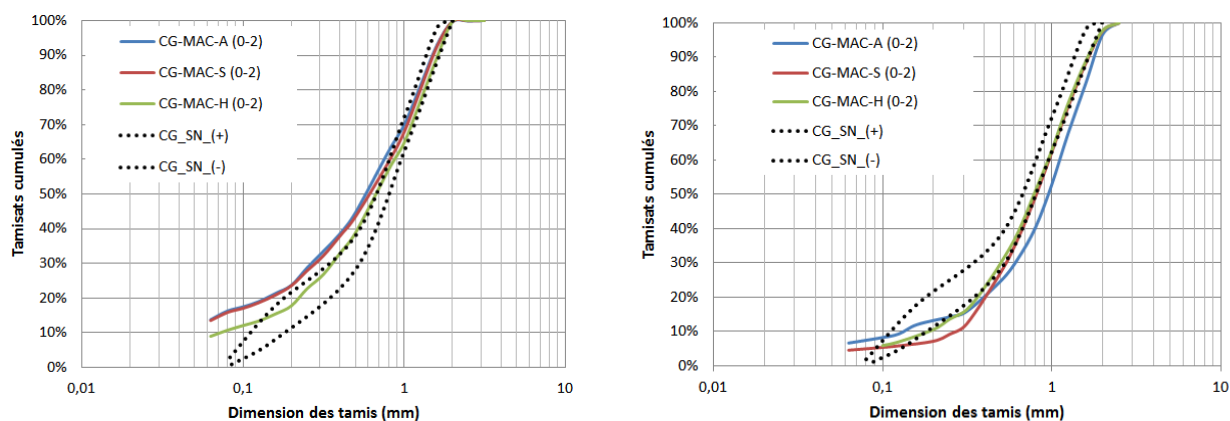
Les analyses physiques réalisées sur les matériaux de l'étude sont la granulométrie par tamisage, la densité réelle et absolue, la perte au feu et l'absorption en eau.

#### 3.3.1 Analyse granulométrique par tamisage

L'analyse granulométrique par voie sèche a été conduite sur la fraction refusée par le tamis de 0.063 mm et conformément à la norme NF EN 933-1 [99]. Les courbes granulométriques obtenues sur les différentes fractions de mâchefers d'incinération sont comparées à des matériaux granulaires naturels ou recyclés, ayant des franges granulaires identiques.

##### 3.3.1.1 Fraction granulaire 0-2 mm

La figure 3.2 présente les courbes granulométriques des mâchefers d'incinération traités et non traités des trois provenances CG-MAC-A, CG-MAC-S, CG-MAC-H. Le fuseau granulaire du sable normalisé CG-SN en trait interrompu est représenté sur le graphe dans le but de positionner les sables de mâchefers par rapport à ce sable normalisé.



a) Fraction 0-2 mm non traitée

b) Fraction 0-2 mm traitée

FIGURE 3.2 – Courbes granulométriques des mâchefers d’incinération pré/post traitement et du sable normalisé

On observe sur la figure 3.2 a) que, les trois courbes de granulométrie uniforme ont quasiment la même distribution granulaire exceptée la courbe MAC-H qui se décale légèrement des deux autres au niveau de la fraction  $< 0.5$  mm. On remarque aussi que les trois courbes épousent la limite supérieure du fuseau de spécification du sable normalisé. Les proportions en éléments fins sont de 12.4%, 12.7% et 8.4% respectivement pour les mâchefers de type MAC-A, MAC-S et MAC-H. Ces valeurs sont largement supérieures à celle du sable normalisé utilisé qui n’a pratiquement pas de particules fines. Néanmoins, nous observons que ces valeurs en proportions fines sont semblables à celle d’un sable naturel communément utilisé dans la région (Carrières du Boulonnais), dont le taux en éléments fins est de 12% (Cf. § Annexe C, page 204).

Au regard de la figure 3.2 b), on observe que les trois sables de mâchefers sont bien gradués et présentent une granulométrie étalée ( $C_u \geq 4$  et  $1 \leq C_c \leq 3$ ). De plus, les proportions des fines sont comprises entre 6.2%, 4.3% et 3.8% pour les sables MAC-A, MAC-S et MAC-H. Les courbes des trois sables de mâchefers traités sont quasiment sur la limite inférieure du fuseau de spécification du sable normalisé. A travers le positionnement des sables de mâchefers traités ou non traités dans ce fuseau granulaire, une substitution du squelette granulaire du sable normalisé par le sable de mâchefers est envisagée dans la formulation des matériaux cimentaires.

### 3.3.1.2 Fraction granulaire 2-4 mm

La figure 3.3 présente les courbes granulométriques des trois mâchefers d’incinération traités et non traités de la fraction 2-4 mm.

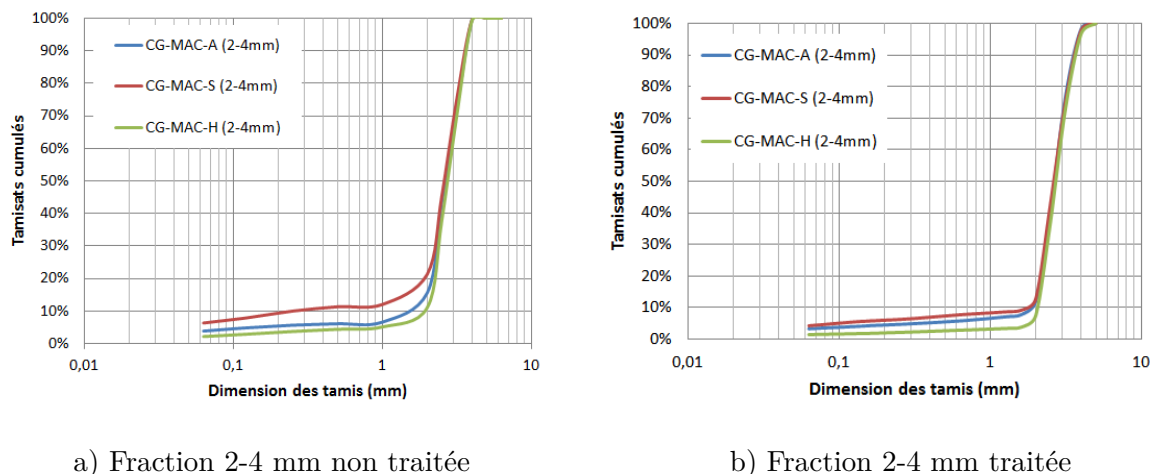


FIGURE 3.3 – Courbes granulométriques des mâchefers d'incinération pré/post traitement

Au regard de ces deux graphes, on n'observe pas de différences significatives dans la distribution granulaire des grains. Les différentes courbes dans les deux graphes présentent une granulométrie uniforme ( $Cu < 2$ ). Cependant, on observe qu'il y a autant de passants à 2 mm bien que l'analyse granulométrique ait été effectuée sur les MIDND de fraction granulaire 2-4 mm. Ces tamisats sur le tamis 2 mm est la conséquence du lavage au tamis de diamètre  $63 \mu\text{m}$  après la séparation mécanique par criblage de la fraction globale 0-20 mm.

### 3.3.1.3 Fractions granulaires 2-6 mm et 6-20 mm

Les figures 3.4 et 3.5 présentent les courbes granulométriques des mâchefers d'incinération non traités des fractions 2-6 mm et 6-20 mm. Ces courbes ont été comparées aux courbes granulométriques des mâchefers produits aux Pays-Bas (CG-Muchova) de fractions granulaires 2-6 mm et 6-20 mm (trait discontinu) dans l'optique de mettre en évidence des éventuelles différences sur les propriétés physiques des MIDND en fonction de certains paramètres variables (nature des déchets, techniques de préparation, incinération, etc.).

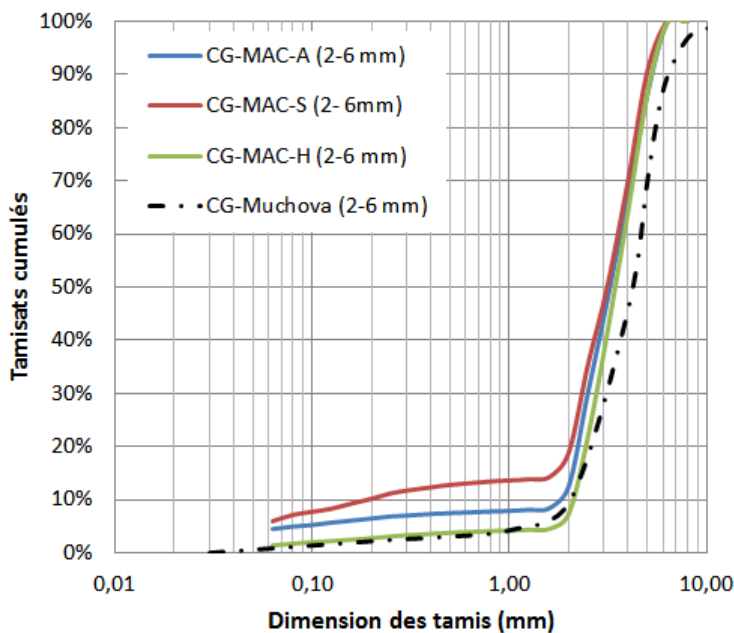


FIGURE 3.4 – Courbes granulométriques de la fraction 2-6 mm des mâchefers non traités

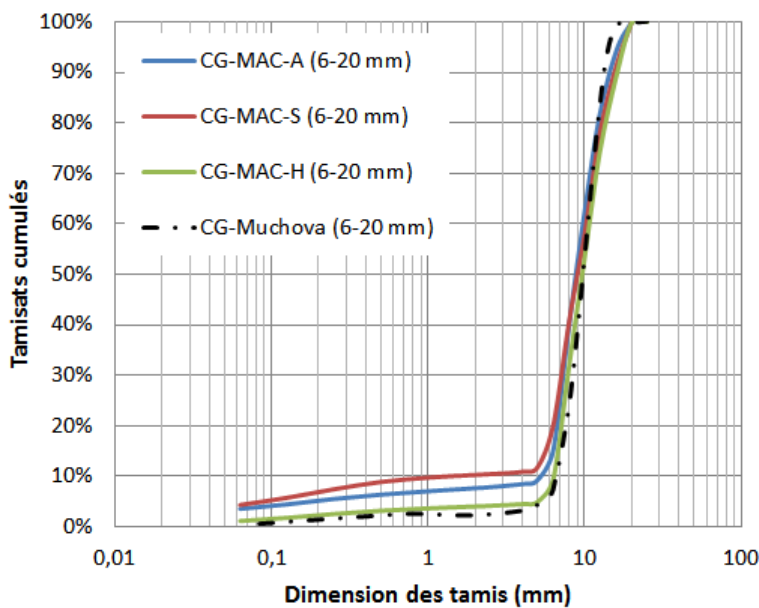


FIGURE 3.5 – Courbes granulométriques de la fraction 6-20 mm des mâchefers non traités

A travers l'analyse de la figure 3.4, les trois courbes présentent une même distribution granulométrique indépendamment de leur provenance. On note également que, la courbe CG-Muchova (2-6 mm) provenant d'une usine d'incinération aux Pays-Bas a une distribution granulométrique semblable à celles des trois mâchefers utilisés dans l'étude.

Quant à la figure 3.5, on observe que les courbes MAC-A, MAC-S et MAC-H se superposent parfaitement. Le même constat est également fait sur la fraction 6-20 mm, entre les trois graviers de mâchefers et la courbe CG-Muchova (6-20 mm).

D'un point de vue global, nous constatons que quelle que soit leur provenance, les mâchefers d'incinération utilisés dans l'étude présentent une répartition granulaire semblable dans les différentes fractions analysées. Le même constat est également observé sur les mâchefers produits dans une usine d'incinération aux Pays-Bas [6].

### 3.3.2 Caractérisation de la morphologie des grains de mâchefers

Dans cette partie de l'étude, il a été question de caractériser la morphologie des particules de sables de mâchefers non traités et traités dans le but de les classer dans la catégorie des granulats roulés ou bien des granulats concassés. Pour cela, l'essai à l'angulomètre a été utilisé pour déterminer le coefficient d'écoulement des grains.

#### 3.3.2.1 Essai à l'angulomètre

L'angulomètre permet de déterminer le coefficient de forme d'un sable. Il consiste à mesurer le temps de l'écoulement  $t$  d'une masse déterminée de sable, à travers un entonnoir de 12 ou 16 mm, dans un réservoir calibré. L'essai a été réalisé sur la fraction granulaire 0-2 mm conformément à la norme NF EN 933-6 [100]. La prise d'essai de la masse de sable à analyser s'est effectuée conformément à la formule ci-après :

$$\text{Masse totale de la prise d'essai (g)} = 1000 \times \left( \frac{\rho_p}{2.70} \right) \quad (3.1)$$

où  $\rho_p$  est la masse volumique réelle et 2.70 est une constante.

Les grains sont classés roulés si le temps ( $t$ ) d'écoulement est inférieur à 30 secondes tandis qu'ils sont classés concassés si le temps ( $t$ ) est supérieur à 30 seconde [101]. L'ouverture de l'entonnoir utilisé est de 12 mm. Le tableau 3.1 présente les résultats obtenus sur les mesures à l'angulomètre.

Tableau 3.1 – Résultats obtenus sur les mesures à l'angulomètre

Provenance Élément (seconde)	MAC-A		MAC-S		MAC-H		SN
	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	0-2 mm
Mesure 1	35'47	37'34	34'03	37'78	33'90	35'10	29'60
Mesure 2	35'84	36'71	34'25	38'07	33'81	35'22	29'88
Mesure 3	36'12	36'94	33'94	37'82	33'70	34'72	30'19
Mesure 4	36'15	36'75	34'03	37'85	33'85	34'60	30'22
Mesure 5	35'94	36'84	34'15	37'82	33'73	34'53	30'12
Moyenne	35'90	36'92	34'08	37'87	33'82	34'83	30'00

A travers ces résultats, nous pouvons conclure que les granulats de sables de mâchefers non traités et traités, indépendamment de la provenance, sont de types concassés car les temps d'écoulement sont supérieurs à 30 secondes. Par ailleurs, le temps d'écoulement du sable de référence normalisé se retrouve dans un état intermédiaire entre un granulats roulé et concassé. Au



vu des résultats obtenus sur l'angulomètre et pour une meilleure appréciation de la morphologie des granulats, une analyse par imagerie a été effectuée au microscope.

### 3.3.2.2 Analyse par imagerie au microscope

L'analyse par imagerie a été effectuée à l'aide d'un microscope présenté dans la figure 3.6. C'est un photomicroscope spécialisé et adapté à la photographie en lumière en haute résolution.



FIGURE 3.6 – Dispositif expérimental de l'analyse par imagerie au microscope numérique

Les figures 3.7 et 3.8 présentent une vue de sable de mâchefers non traités et traités du type MAC-A et du sable normalisé.

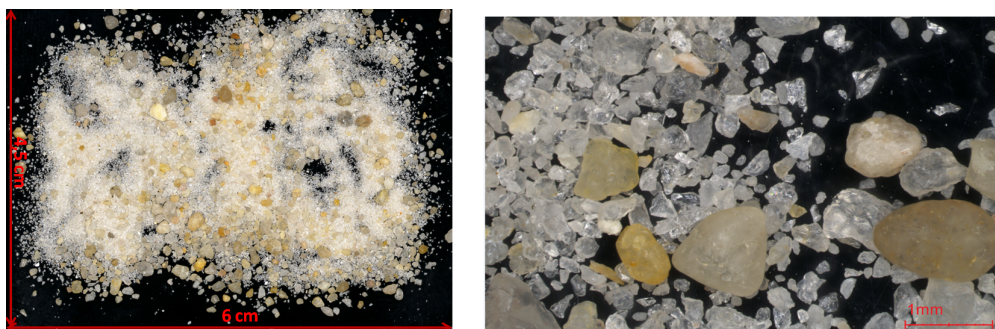
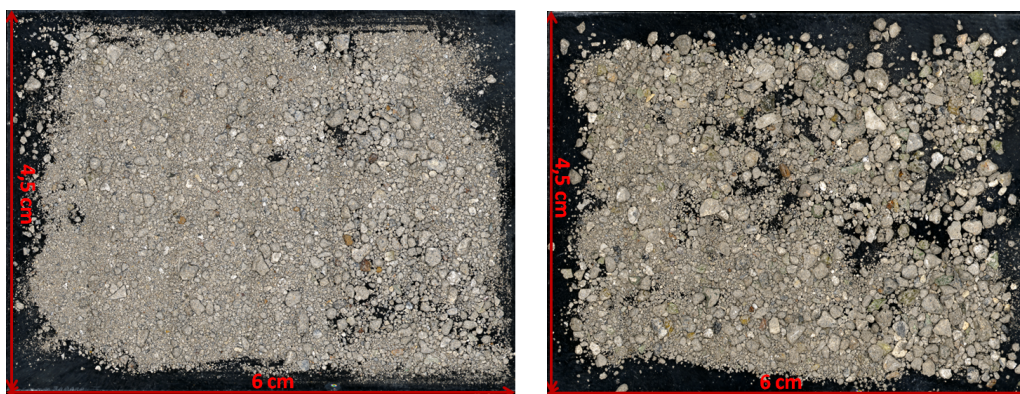


FIGURE 3.7 – Image du sable normalisé observée au microscope



a) Sable non traité

b) Sable traité

FIGURE 3.8 – Image de sables 0-2 mm de type MAC-A observée au microscope numérique

L'observation faite à travers la figure 3.7 montre bien que les granulats du sable normalisé ont une forme arrondie dans les particules larges tandis que dans les particules beaucoup plus fines, les grains sont concassés.

L'observation de la figure 3.8 montre que les sables de MIDND traités ont moins de particules fines que ceux non traités.

### 3.3.3 Absorption en eau des matériaux

La mesure de l'absorption en eau réalisée sur les mâchefers d'incinération s'est effectuée en utilisant la méthode normalisée EN 1097-6 [102]. Les essais ont été réalisés uniquement sur les fractions 0-2 mm et 2-4 mm des mâchefers traités et non traités.

Les matériaux ont été préalablement lavés au tamis de 0.063 mm afin d'éliminer toutes particules fines, puis séchés à l'étuve à 105 ° C, jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Ensuite, le matériau est immergé dans de l'eau déminéralisée pendant 24 h afin de laisser l'eau pénétrer tous les pores accessibles du matériau. Un séchage progressif à l'aide d'un courant chaud est effectué afin d'atteindre l'état saturé de la surface sèche des grains. Cet état est atteint lorsqu'on remplit un moule tronconique en le tassant légèrement à l'aide de 25 coups de dame et par la suite, le soulèvement du cône engendre un effondrement du sable (Fig 3.9).

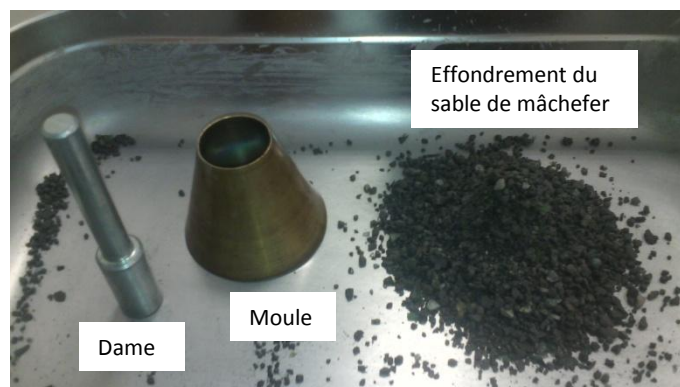


FIGURE 3.9 – Moule et dame pour la détermination de l'absorption en eau

Les valeurs d'absorption en eau présentées dans le tableau 3.2 sont les moyennes obtenues

sur trois essais.

Tableau 3.2 – Coefficients d'absorption en eau des mâchefers traités et non traités

Provenance		Absorption d'eau (%)			
MIDND	Fraction granulaire	Non traité	Écart-type	Traité	Écart-type
MAC-A	0-2 mm	10.42	0.07	7.50	0.06
	2-4 mm	10.70	0.29	5.40	0.18
MAC-S	0-2 mm	11.70	0.09	9.36	0.13
	2-4 mm	13.41	0.26	6.32	0.33
MAC-H	0-2 mm	10.08	0.15	7.06	0.07
	2-4 mm	12.20	0.40	4.30	0.13

D'une manière générale, les coefficients d'absorption en eau obtenus sur les sables de mâchefers non traités et traités sont très élevés, comparativement aux sables naturels. C'est le cas par exemple du sable naturel (0/4 mm) des Carrières du Boulonnais dont le taux d'absorption ( $WA_{24}$ ) est égal à 0.53% (Cf. § Annexe C, page 204). Ces valeurs d'absorption sont en conformité avec celles déterminées sur d'autres mâchefers produits dans les usines d'incinération en Europe. C'est par exemple le cas aux Pays-Bas (5.6-7 % [6]), au Danemark (12.3-16.1% [3]) et en Espagne (15.8% [25]). Par conséquent les MIDND sont des matériaux assez poreux et il conviendra de prendre certaines précautions lors de la formulation des matériaux cimentaires.

Il est également important de signaler que les sables traités ont des valeurs d'absorption en eau inférieures à celles des sables non traités. Cette différence peut s'expliquer sans doute par le passage des mâchefers à travers les processus de séparation mécanique par broyage et de criblage qui a permis d'extraire la pellicule fine qui entoure les grains de mâchefers non traités. De plus, la méthodologie de traitement a aussi permis d'enlever les fibres présentes dans ces fractions des matériaux non traités (Fig. 3.10).



FIGURE 3.10 – Fibres présentes dans les mâchefers d'incinération

### 3.3.4 Masse volumique absolue et masse volumique réelle des mâchefers

Les masses volumiques absolues ont été réalisées sur toutes les fractions des mâchefers d'incinération tandis que les masses volumiques réelles ont été mesurées sur les fractions 0-2 mm et



2-4 mm.



a) Pycnomètre à hélium



b) Pycnomètre à eau

FIGURE 3.11 – Dispositifs expérimentaux pour la détermination des masses volumiques absolues et réelles des matériaux

### 3.3.4.1 Masse volumique absolue

La masse volumique absolue a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à hélium (Fig. 3.11 a). Le matériau initialement sec, a été au préalable finement broyé avant la réalisation de l'essai. Les résultats obtenus, sur chaque fraction de mâchefer, sont les moyennes de trois essais et sont répertoriés dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 – Résultats des mesures de masses volumiques absolues des mâchefers

Provenance		Masse volumique absolue ( $g/cm^3$ )			
MIDND	Fraction granulaire	Non traité	Écart-type	Traité	Écart-type
<b>MAC-A</b>	0-2 mm	2.82	0.01	2.61	0.01
	2-4 mm	2.85	0.01	2.61	0.01
	2-6 mm	2.85	0.01		
	6-20 mm	2.76	0.04		
<b>MAC-S</b>	0-2 mm	2.76	0.01	2.61	0.01
	2-4 mm	2.73	0.01	2.59	0.02
	2-6 mm	2.75	0.01		
	6-20 mm	2.66	0.01		
<b>MAC-H</b>	0-2 mm	2.81	0.01	2.62	0.01
	2-4 mm	2.78	0.01	2.62	0.01
	2-6 mm	2.78	0.01		
	6-20 mm	2.75	0.01		

Les résultats montrent que les masses volumiques absolues des mâchefers non traités sont supérieures aux masses volumiques des matériaux naturels ( $2.65-2.70 g/cm^3$  [74]). Ces valeurs

élevées s'expliquent par la présence des particules métalliques dans les mâchefers d'incinération dont les masses volumiques absolues sont de l'ordre de 2.7 à 7.5  $g/cm^3$ . Néanmoins, les masses volumiques sur les matériaux non traités indépendamment de la provenance sont comprises dans la fourchette des valeurs retrouvées dans la littérature [26, 103]. Cette convergence de résultats peut s'expliquer par rapport à la technique de traitement conventionnel utilisée pour la récupération des métaux ferreux et non ferreux dans les mâchefers, qui est commune à la plupart des pays européens.

Il apparait également que les densités absolues des mâchefers traités sont inférieures à celles des mâchefers non traités. Cette diminution entre l'avant et l'après traitement des matériaux met en évidence l'impact du broyage et les équipements spécifiques du procédé STEINERT (tambours à pôles axiaux et poulies en néodyme-fer-bore), qui ont permis de désolidariser les matériaux agglomérés entre-eux et de récupérer de manière efficace les particules métalliques.

### 3.3.4.2 Masse volumique réelle

La masse volumique réelle des matériaux a été mesurée conformément à la norme EN 1097-6 [102]. Elle a pour expression, le rapport entre la masse sèche des grains sur le volume réel des grains. Les matériaux sont immergés pendant 24 h dans de l'eau à l'intérieur du pycnomètre (Fig. 3.11 b). Après avoir évacué les bulles d'air, on le referme en ajustant le niveau d'eau au repère gravé et on procède à une pesée. La différence entre la masse des grains imbibés de la surface sèche (Cf. § 3.3.3, page 89) et la masse des grains totalement immergés dans l'eau, par rapport à la masse volumique de l'eau, permet de déterminer le volume des grains.

Les valeurs moyennes des mesures obtenues sont présentées dans le tableau 3.4.

Tableau 3.4 – Résultats des masses volumiques réelles des mâchefers d'incinération

Provenance		Masse volumiques réelle ( $\rho_{rd}$ en $g/cm^3$ )			
MIDND	Fraction granulaire	Non traité	Ecart-type	Traité	Ecart-type
<b>MAC-A</b>	0-2 mm	1.95	0.01	1.90	0.01
	2-4 mm	2.01	0.02	2.20	0.01
<b>MAC-S</b>	0-2 mm	1.75	0.01	2.00	0.02
	2-4 mm	1.81	0.01	2.13	0.01
<b>MAC-H</b>	0-2 mm	1.71	0.01	1.96	0.01
	2-4 mm	1.85	0.01	2.23	0.01

D'une manière générale, on observe que les sables de mâchefers traités et non traités de l'étude présentent des masses volumiques réelles inférieures par rapport aux sables naturels. Cette caractéristique, propre aux granulats légers, est plus intéressante pour les applications et les ouvrages peu sollicités en charges. Néanmoins, ces résultats restent dans la fourchette des valeurs trouvées dans la littérature (1.6-2.3  $g/cm^3$  [25], 2.2-2.4  $g/cm^3$  [6]), tant pour les matériaux traités que ceux non traités.

Les masses volumiques des sables traités sont supérieures à celles des sables non traités.

Ce résultat est sans doute dû à l'effet du broyage de la fraction grossière des MIDND dans le processus de traitement. Certaines particules identifiées dans les fractions grossières des MIDND (débris de verre) seront présentes dans les MIDND traités après le broyage comparativement à celles non traitées.

### 3.3.5 Perte au feu des mâchefers d'incinération

La perte au feu est un essai qui a pour but de déterminer le taux de matières imbrûlées dans un matériau. Cet essai a été conduit conformément à la norme NF EN 1744-7 (avril 2012) relative à la détermination de la perte au feu des mâchefers d'incinération [104]. L'échantillon préalablement séché en étuve (105 °C), est broyé finement et ensuite, calciné à  $480 \pm 25$  °C pendant 4 h dans un four (Fig. 3.12).



FIGURE 3.12 – Mode opératoire de la calcination des mâchefers d'incinération

Les résultats présentés sur le tableau 3.5 sont les valeurs moyennes de 6 mesures expérimentales.

Tableau 3.5 – Résultats des mesures de pertes au feu des mâchefers d'incinération

Provenance		Perte au feu (%)			
MIDND	Fraction granulaire	Non traité	Ecart-type	Traité	Ecart-type
<b>MAC-A</b>	0-2 mm	7.56	0.06	4.33	0.06
	2-4 mm	5.19	0.08	2.13	0.05
	2-6 mm	3.50	0.02		
	6-20 mm	1.44	0.02		
	0-20 mm	4.28	0.07		
<b>MAC-S</b>	0-2 mm	6.61	0.04	4.33	0.04
	2-4 mm	4.97	0.06	2.85	0.08
	2-6 mm	4.26	0.21		
	6-20 mm	2.18	0.15		
	0-20 mm	4.25	0.12		
<b>MAC-H</b>	0-2 mm	5.65	0.05	3.38	0.04
	2-4 mm	3.99	0.03	1.67	0.07
	2-6 mm	4.02	0.04		
	6-20 mm	2.04	0.01		
	0-20 mm	3.30	0.13		

Au regard du tableau 3.5, plusieurs observations peuvent être faites. D'un point de vue global, les mâchefers non traités de la fraction 0-20 mm ont des valeurs de pertes au feu inférieures à la valeur limite admissible en France (5% [30]), pour une valorisation dans le secteur de la construction. Par contre, au regard des différentes fractions des matériaux non traités, force est de constater que plus les fractions sont fines, plus le taux de matières imbrulées est élevé. Le constat est le même sur les trois provenances de mâchefers d'incinération et les valeurs obtenues sont supérieures à la limite normative dans la fraction 0-2 mm des trois mâchefers non traités et dans la fraction 2-4 mm (excepté MAC-H). L'hypothèse à même d'expliquer ce phénomène est sans doute le choix de l'incinérateur et surtout la durée de l'incinération qui n'a pas permis à la matière organique présente dans les fractions fines de se consumer complètement. Les valeurs obtenues de pertes au feu, sont comprises dans les intervalles de celles trouvés dans la littérature (1.7-2.4% et 2-9% [103], 2.1% [15]). Cependant, il faudrait signaler que les valeurs retrouvées dans la littérature ont été obtenues pour la plupart après une calcination des mâchefers à 500-550 ° C (calcination des déchets conformément à la norme NF EN 15169 [105]), contrairement à 480 ° C dans le cas de la présente étude.

Les mâchefers traités quant à eux, ont des valeurs de pertes au feu inférieures aux mâchefers non traités et restent inférieures à la limite normative pour toutes les fractions (0-2 mm et 2-4 mm) des différentes provenances. Nous pouvons l'expliquer par l'hypothèse selon laquelle, le broyage des particules grossières (6-20 mm) ayant des valeurs de pertes au feu nettement

inférieures à celles des fractions fines, a permis de diminuer le taux des matières imbrûlées dans les fractions 0-2 mm et 2-4 mm.

### 3.4 Caractérisation chimique des mâchefers

Deux types d'essais ont été effectués pour caractériser les mâchefers sur le plan chimique. Dans un premier temps, des analyses de fluorescence X ont été effectuées afin de déterminer les concentrations massiques en composants élémentaires qui constituent les matériaux. La technique de fluorescence X utilisée est celle d'un programme semi-quantitatif sur le spectromètre de fluorescence X, type S4 Pioneer de Bruker Axs (Fig. 3.13).



FIGURE 3.13 – Machine Fluorescence X du laboratoire GCE

Dans un second temps, la minéralisation acide au micro-onde a permis de diluer les minéraux présents dans la matrice mâchefer et par conséquent de quantifier les proportions des particules métalliques dans chaque fraction étudiée.

#### 3.4.1 Composition élémentaire par fluorescence X

Les compositions élémentaires obtenues, répertoriées dans les différents tableaux, sont les moyennes de trois essais. Les tableaux 3.6, 3.7, 3.8 et 3.9 présentent les compositions élémentaires des mâchefers d'incinération respectivement dans les fractions 0-2 mm, 2-4 mm, 2-6 mm, 6-20 mm et 0-20 mm des mâchefers d'incinération traités et non traités, indépendamment de leur provenance.



Tableau 3.6 – Composition élémentaire massique de la fraction 0-2 mm

Élément (%)	MAC-A		MAC-S		MAC-H	
	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm
Oxygène	44.7	48.7	45.8	48.4	45.0	47.0
Sodium	2.1	3.4	2.2	3.2	2.3	3.8
Magnésium	1.1	1.2	1.6	1.9	1.7	2.0
<b>Aluminium</b>	<b>5.1</b>	<b>4.4</b>	<b>5.1</b>	<b>4.4</b>	<b>5.0</b>	<b>4.3</b>
<b>Silicium</b>	<b>11.2</b>	<b>18.4</b>	<b>13.8</b>	<b>18.7</b>	<b>13.0</b>	<b>20.8</b>
Phosphore	1.0	0.9	0.9	0.9	0.9	0.8
Soufre	1.8	1.3	1.6	1.3	1.7	1.0
Chlore	1.1	0.7	1.0	0.8	1.2	0.7
Potassium	0.9	1	1.2	1.2	1.2	1.3
<b>Calcium</b>	<b>19.1</b>	<b>16.3</b>	<b>16.7</b>	<b>15.6</b>	<b>16.1</b>	<b>14.1</b>
Titane	0.6	0.4	0.5	0.4	0.5	0.4
Chrome	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Manganèse	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1
<b>Fer</b>	<b>10.0</b>	<b>2.4</b>	<b>8.0</b>	<b>2.0</b>	<b>10.4</b>	<b>2.6</b>
Nickel	< 0.1	n.d.	< 0.1	n.d.	< 0.1	n.d.
Cuivre	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1
Zinc	0.7	0.4	0.8	0.5	0.5	0.3
Strontium	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Zirconium	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Étain	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Baryum	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Plomb	0.1	0.1	0.1	0.1	< 0.1	0.1

n.d. : non déterminé

Tableau 3.7 – Composition élémentaire massique de la fraction 2-4 mm

Élément (%)	MAC-A		MAC-S		MAC-H	
	Non traité 2-4 mm	Traité 2-4 mm	Non traité 2-4 mm	Traité 2-4 mm	Non traité 2-4 mm	Traité 2-4 mm
Oxygène	45.6	47.5	46.8	47.6	45.7	47.1
Sodium	2.8	4.6	2.9	4.3	3.0	5.3
Magnésium	1.2	1.2	1.8	1.8	1.8	1.6
<b>Aluminium</b>	<b>4.5</b>	<b>3.9</b>	<b>4.7</b>	<b>3.9</b>	<b>4.6</b>	<b>3.6</b>
<b>Silicium</b>	<b>14.9</b>	<b>24.0</b>	<b>16.9</b>	<b>22.6</b>	<b>16.7</b>	<b>25.5</b>
Phosphore	0.8	0.5	0.7	0.6	0.7	0.4
Soufre	1.3	0.6	1.2	0.8	1.3	0.5
Chlore	0.8	0.4	0.8	0.6	0.9	0.4
Potassium	0.9	1.0	1.2	1.1	1.2	1.1
<b>Calcium</b>	<b>16.2</b>	<b>13.6</b>	<b>14.8</b>	<b>13.9</b>	<b>14.3</b>	<b>12.0</b>
Titane	0.5	0.3	0.4	0.3	0.4	0.3
Chrome	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Manganèse	0.2	< 0.1	0.2	0.1	0.2	< 0.1
<b>Fer</b>	<b>9.3</b>	<b>1.3</b>	<b>6.4</b>	<b>1.7</b>	<b>8.2</b>	<b>1.7</b>
Nickel	< 0.1	< 0.1	< 0.1	n.d.	< 0.1	n.d.
Cuivre	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	< 0.1
Zinc	0.5	0.2	0.5	0.3	0.3	0.2
Strontium	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Zirconium	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Étain	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Baryum	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Plomb	0.1	0.1	0.1	< 0.1	0.1	< 0.1

Tableau 3.8 – Composition élémentaire massique des fractions 2-6 mm et 6-20 mm

Élément (%)	MAC-A		MAC-S		MAC-H	
	Non traité 2-6 mm	Non traité 6-20 mm	Non traité 2-6 mm	Non traité 6-20 mm	Non traité 2-6 mm	Non traité 6-20 mm
Oxygène	44.9	45.6	46.3	46.7	45.1	45.5
Sodium	3.3	4.7	3.1	4.4	3.3	5.3
Magnésium	1.2	0.9	1.8	1.2	1.9	1.2
<b>Aluminium</b>	<b>4.3</b>	<b>4.1</b>	<b>4.5</b>	<b>4.3</b>	<b>4.4</b>	<b>3.8</b>
<b>Silicium</b>	<b>16.6</b>	<b>22.6</b>	<b>17.5</b>	<b>22.3</b>	<b>17.9</b>	<b>23.9</b>
Phosphore	0.7	0.5	0.7	0.5	0.7	0.4
Soufre	1.2	0.5	1.2	0.7	1.0	0.6
Chlore	0.8	0.4	0.9	0.5	0.8	0.4
Potassium	0.9	0.9	1.2	1.0	1.1	0.9
<b>Calcium</b>	<b>15.5</b>	<b>12.1</b>	<b>14.8</b>	<b>12.2</b>	<b>13.8</b>	<b>11.3</b>
Titane	0.4	0.4	0.4	0.3	0.4	0.3
Chrome	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	0.1	< 0.1
Manganèse	0.2	< 0.1	0.2	0.1	0.2	0.1
<b>Fer</b>	<b>9.0</b>	<b>6.7</b>	<b>6.5</b>	<b>5.2</b>	<b>8.4</b>	<b>5.6</b>
Nickel	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	n.d.
Cuivre	0.2	0.1	0.2	0.1	0.3	0.1
Zinc	0.5	0.2	0.5	0.3	0.3	0.2
Strontium	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Zirconium	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Étain	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Baryum	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Plomb	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	0.1	0.1

Tableau 3.9 – Composition élémentaire de la fraction 0-20 mm

	MAC-A	MAC-S	MAC-H
	Non traité	Non traité	Non traité
Oxygène	45.3	46.5	45.8
Sodium	3.3	3.3	3.5
Magnésium	1.1	1.5	1.5
<b>Aluminium</b>	<b>4.6</b>	<b>4.8</b>	<b>4.4</b>
<b>Silicium</b>	<b>17.8</b>	<b>18.5</b>	<b>18.1</b>
Phosphore	0.7	0.7	0.7
Soufre	1.1	1.1	1.2
Chlore	0.7	0.7	0.8
Potassium	0.9	1.2	1.1
<b>Calcium</b>	<b>14.8</b>	<b>14.0</b>	<b>13.8</b>
Titane	0.4	0.4	0.4
Chrome	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Manganèse	0.1	0.1	0.2
<b>Fer</b>	<b>8.4</b>	<b>6.4</b>	<b>7.6</b>
Nickel	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Cuivre	0.2	0.2	0.2
Zinc	0.4	0.5	0.3
Strontium	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Zirconium	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Étain	< 0.1	< 0.1	< 0.1
Baryum	0.1	0.1	0.1
Plomb	0.1	< 0.1	< 0.1

A travers les tableaux 3.6, 3.7, 3.8 et 3.9, les observations et commentaires suivants peuvent être faits :

- i) D'une manière générale, les composants majeurs dans la fraction 0-20 mm des mâchefers d'incinération, indépendamment de leur provenance sont : le silicium, le calcium, le fer, l'aluminium, le sodium, le magnésium et le potassium. Les constituants chimiques majeurs de ces trois mâchefers sont quasiment dans les mêmes proportions malgré leurs provenances différentes. De plus, leurs proportions massiques sont comprises dans les valeurs moyennes de composants majeurs retrouvées dans les mâchefers produits dans plusieurs pays européens (Cf. § Tab. 1.4 [3, 19]) exceptées, les teneurs en magnésium et calcium supérieures aux valeurs retrouvées dans la littérature. Par ailleurs, on identifie la présence du soufre dans les composants majeurs des mâchefers étudiés ; ce qui n'est pas forcément le cas dans les valeurs retrouvées dans la littérature, notamment dans les mâchefers produits dans certains pays européens.
- ii) Dans les fractions 2-6 mm et 6-20 mm, les constituants chimiques identifiés sont les mêmes que ceux de la fraction 0-20 mm. Néanmoins, on observe que les proportions massiques de

certaines composants de la fraction 2-6 mm sont supérieures à celles de la fraction 6-20 mm (l'aluminium, le soufre, le potassium, le fer).

- iii) Dans les fractions 0-2 mm et 2-4 mm, les composants majeurs sur les mâchefers non traités sont le sodium, le magnésium, l'aluminium, le silicium, le soufre, le potassium et le fer. On relève par ailleurs, la présence de l'élément chlore dans les composants majeurs de la fraction 0-2 mm. Plus on se rapproche des fractions fines, plus les concentrations de certains éléments, notamment les composants susceptibles d'endommager les ouvrages contenant les mâchefers d'incinération, sont élevées (aluminium, fer, chlore, zinc, etc.).
- iv) Des différences significatives sont observées entre les composants des sables de mâchefers non traités et traités dans les fractions 0-2 mm et 2-4 mm. C'est le cas par exemple du fer (qui diminue en moyenne de 10% à 2% dans la fraction 0-2 mm), dont les proportions massiques ont considérablement baissé entre l'avant et l'après traitement des matériaux. On peut également citer entre autre l'aluminium, le zinc, le cuivre, le soufre, le chlore. La baisse du taux de ces particules ferreuses et non-ferreuses montre l'impact de la méthodologie adoptée dans l'étude et notamment des équipements spécifiques (tambours magnétiques à pôles axiaux, poulies magnétiques et séparateurs à courant de Foucault NES 4T à pôles excentré) utilisés pour mieux épurer les mâchefers d'incinération des particules métalliques. Par contre, on observe une augmentation de certains composants sur les mâchefers traités (sodium, silicium, magnésium) par rapport aux mâchefers non traités. L'hypothèse susceptible d'expliquer ce phénomène est la conséquence de la récupération des particules métalliques (absence des métaux ferreux et non-ferreux dans les matériaux traités) à travers le procédé de traitement qui a entraîné l'évolution des autres composantes présentes dans les MIDND traités contrairement à ceux non traités.
- v) Les fractions fines des mâchefers non traités (0-2 mm et 2-4 mm) contiennent des éléments en proportions massiques beaucoup plus élevées que dans les fractions 2-6 mm et 6-20 mm.

### 3.4.2 Minéralisation acide des mâchefers d'incinération

La minéralisation acide est un procédé de dilution des éléments minéraux dans une matrice quelconque. Dans le cas de cette recherche expérimentale, la matrice étudiée est celle des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux. L'essai a été réalisé conformément à la norme NF EN 13657 [106]. Cette norme décrit une digestion acide à l'eau régale (1/4  $HNO_3$  et 3/4  $HCl$ ). Il est important de signaler ici que cette digestion ne libère pas complètement tous les éléments [107], notamment les silicates qui ne sont complètement solubles que dans l'acide fluorhydrique. Par contre, la méthode est adaptée pour la dilution des éléments minéraux suivants : Al, Sb, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Pb, Mg, Mn, MO, Ni, P, K, Se, Ag, S, Na, Sn, Ti, V, Zn [106].

L'échantillon prélevé est préalablement séché en étuve jusqu'à obtenir une masse constante. Il est broyé pour atteindre des tailles de particules inférieures à 250  $\mu m$ . Ensuite, nous avons introduit 0.250 g de matériau dans le réacteur, suivi successivement de 0.5 ml de  $H_2O$ , 1 ml de  $HNO_3$  (acide nitrique) et 3 ml de  $HCl$  (acide chlorhydrique). Le tout est placé dans le micro-onde en utilisant une programmation bien précise qui dure en moyenne une heure. En fin de programmation, nous avons laissé les récipients refroidir jusqu'à la température ambiante. Les contenus des différents réacteurs ont été filtrés et placés dans des fioles jaugées, puis de l'eau

déminéralisée a été introduit jusqu'au trait de jauge (Fig. 3.14). Les éluats recueillis ont été analysés par la spectrométrie d'émission plasma (ICP).

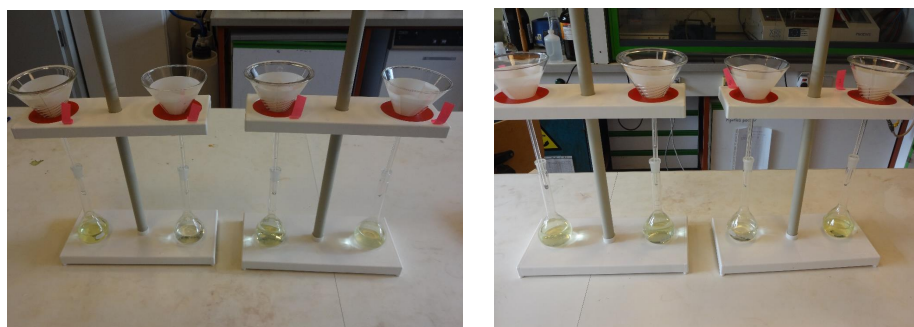


FIGURE 3.14 – Dispositif expérimental du filtrage des éluats de la minéralisation acide

Les résultats de la minéralisation acide des mâchefers des fractions 0-2 mm, 2-4 mm, 2-6, 6-20 mm et 0-20 mm sont présentés respectivement dans les tableaux 3.10, 3.11, 3.12 et 3.13.

Tableau 3.10 – Minéralisation acide de la fraction 0-2 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A		MAC-S		MAC-H	
	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm
<b>Aluminium</b>	<b>30518</b>	<b>24102</b>	<b>35594</b>	<b>27244</b>	<b>33104</b>	<b>23531</b>
Baryum	2253	1672	1917	1458	1994	1496
Cadmium	24	8	19	10	19	9
Cobalt	118	19	64	15	89	15
Chrome total	409	110	309	108	257	94
<b>Cuivre</b>	<b>3740</b>	<b>1050</b>	<b>2720</b>	<b>1055</b>	<b>2631</b>	<b>1327</b>
<b>Fer</b>	<b>116865</b>	<b>18403</b>	<b>92798</b>	<b>14947</b>	<b>116279</b>	<b>18917</b>
Molybdène	13	<8.8	12	<8.8	13	<8.8
Nickel	319	67	285	53	375	56
<b>Plomb</b>	<b>887</b>	<b>701</b>	<b>838</b>	<b>592</b>	<b>653</b>	<b>546</b>
Antimoine	61	34	52	34	53	30
Étain	277	102	249	104	317	80
Titane	2773	2340	2452	2174	2565	2073
Vanadium	17	14	39	26	40	30
<b>Zinc</b>	<b>5346</b>	<b>2971</b>	<b>5626</b>	<b>3834</b>	<b>3876</b>	<b>2362</b>

Tableau 3.11 – Minéralisation acide de la fraction 2-4 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A		MAC-S		MAC-H	
	Non traité	Traité	Non traité	Traité	Non traité	Traité
	2-4 mm	2-4 mm	2-4 mm	2-4 mm	2-4 mm	2-4 mm
<b>Aluminium</b>	<b>34359</b>	<b>18623</b>	<b>35463</b>	<b>16949</b>	<b>34974</b>	<b>13451</b>
Baryum	1805	1150	1689	948	1819	1011
Cadmium	25	8	21	5	13	4
Cobalt	70	12	40	10	45	11
Chrome total	388	74	283	70	265	59
<b>Cuivre</b>	<b>2758</b>	<b>1056</b>	<b>7660</b>	<b>1574</b>	<b>1711</b>	<b>483</b>
<b>Fer</b>	<b>111470</b>	<b>10442</b>	<b>71514</b>	<b>10999</b>	<b>100572</b>	<b>10600</b>
Molybdène	19	<8.8	11	20	113	35
Nickel	258	41	206	56	133	31
<b>Plomb</b>	<b>2158</b>	<b>622</b>	<b>1671</b>	<b>430</b>	<b>973</b>	<b>357</b>
Antimoine	84	27	86	27	47	27
Étain	349	53	280	55	413	73
Titane	2769	1816	2336	1452	2459	1400
Vanadium	19	12	34	19	39	19
<b>Zinc</b>	<b>3680</b>	<b>1336</b>	<b>3669</b>	<b>1760</b>	<b>2441</b>	<b>1173</b>

Tableau 3.12 – Minéralisation acide des fractions 2-6 mm et 6-20 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A		MAC-S		MAC-H	
	Non traité	Non traité	Non traité	Non traité	Non traité	Non traité
	2-6 mm	6-20 mm	2-6 mm	6-20 mm	2-6 mm	6-20 mm
<b>Aluminium</b>	<b>38305</b>	<b>22879</b>	<b>32402</b>	<b>23538</b>	<b>26391</b>	<b>20947</b>
Baryum	1893	1606	1575	1614	1793	1559
Cadmium	33	5	12	7	9	5
Cobalt	68	47	30	18	26	23
Chrome total	354	188	273	147	544	325
<b>Cuivre</b>	<b>4247</b>	<b>1064</b>	<b>2856</b>	<b>1081</b>	<b>3081</b>	<b>1749</b>
<b>Fer</b>	<b>105692</b>	<b>81680</b>	<b>76550</b>	<b>57213</b>	<b>90180</b>	<b>61347</b>
Molybdène	11	9	12	<8	18	<8.8
Nickel	358	145	161	97	287	175
<b>Plomb</b>	<b>566</b>	<b>265</b>	<b>841</b>	<b>415</b>	<b>1125</b>	<b>739</b>
Antimoine	52	48	46	34	92	34
Étain	311	130	185	130	272	195
Titane	2647	2426	2400	1968	2401	1811
Vanadium	20	14	35	28	38	21
<b>Zinc</b>	<b>3700</b>	<b>1435</b>	<b>3740</b>	<b>2125</b>	2526	<b>2039</b>

Tableau 3.13 – Minéralisation acide de la fraction 0-20 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A	MAC-S	MAC-H
	Non traité 0-20 mm	Non traité 0-20 mm	Non traité 0-20 mm
<b>Aluminium</b>	<b>27607</b>	<b>29954</b>	<b>25528</b>
Baryum	2077	1503	1517
Cadmium	5	13	13
Cobalt	40	23	40
Chrome total	282	328	159
<b>Cuivre</b>	<b>6404</b>	<b>2124</b>	<b>4844</b>
<b>Fer</b>	<b>96855</b>	<b>70522</b>	<b>82238</b>
Molybdène	8	9	6.9
Nickel	134	101	153
<b>Plomb</b>	<b>816</b>	<b>570</b>	<b>814</b>
Antimoine	<3.3	33	48
Étain	356	130	196
Titane	2645	2308	2255
Vanadium	17	30	29
<b>Zinc</b>	<b>3220</b>	<b>3301</b>	<b>3738</b>

A travers l'analyse des tableaux 3.10, 3.11, 3.12, 3.13, les observations et commentaires peuvent être formulés de la manière suivante :

- i) Quelles que soient leur provenance et la composition des déchets avant l'incinération, certains éléments chimiques présents dans les mâchefers de la fraction 0-20 mm se trouvent dans les mêmes plages d'intervalles (zinc, titane, molybdène, nickel). On observe cependant de légères différences sur les teneurs en éléments fer et aluminium. Cette variation peut s'expliquer par la quantité de métaux réellement présents dans les mâchefers et aussi par les procédés de séparation utilisés pour le traitement et l'élaboration des matériaux dans les IME.
- ii) Les particules métalliques (ferreuses et non-ferreuses) sont beaucoup plus concentrées dans les fractions fines (0-2 mm et 2-4 mm), quelle que soit la provenance des mâchefers non traités. Ce constat est également le même dans les analyses de fluorescence X. Cela pourrait s'expliquer par le fait que les procédés de séparation conventionnels utilisés, pour le traitement des mâchefers en amont, n'ont pas permis de récupérer le maximum de particules métalliques dans ces fractions fines contrairement à celles grossières.
- iii) Une forte baisse des particules métalliques est observée entre les mâchefers traités et ceux non traités des fractions 0-2 mm et 2-4 mm. Ce constat est dû à l'effet des séparateurs magnétiques spécifiques de STEINERT (tambours à pôles axiaux et séparateurs à courant de Foucault NES 4T à pôles excentrés) utilisés pour extraire de façon optimale ces particules métalliques.
- iv) Sur la fraction 0-2 mm, on peut observer que les mâchefers traités ont 21%, 23% et 29% en



moins d'aluminium, respectivement pour les mâchefers de type MAC-A, MAC-S et MAC-H. Pour ce qui est de l'élément fer, il est en baisse en moyenne de 90% sur les mâchefers traités. Quant au cuivre, on retrouve 72% en moins pour les mâchefers MAC-A, 61% en moins pour les MAC-S et environ 50% en moins pour les MAC-H. La même tendance est également observée pour la quasi totalité des métaux non-ferreux. Les MAC-A ont 44% de zinc et 21% de plomb en moins sur les matériaux traités. Quant aux MAC-S, ils ont 32% et 29% en moins respectivement de zinc et de plomb par rapport aux matériaux non traités. Enfin, 39% et 16% sont des teneurs en moins respectivement en zinc et en plomb pour les MAC-H traités. Cela met en exergue l'efficacité du séparateur spécifique à courant de Foucault de type NES 4T à pôle excentré utilisé, pour la récupération des métaux non-ferreux.

- v) Sur la fraction 2-4 mm, les mâchefers traités présentent 46%, 52% et 62% en moins d'aluminium respectivement pour les mâchefers de type MAC-A, MAC-S et MAC-H. Ces valeurs sont évaluées en moyenne à 90% en moins pour l'élément fer dans les trois provenances de mâchefers. Les teneurs en cuivre, plomb et zinc sont comprises en moins, dans les mâchefers traités contrairement aux mâchefers non traités, respectivement dans les intervalles (60% à 80%), (63% à 74%) et (52% à 64%).

Au terme de cette analyse, il ressort que le taux de récupération des métaux ferreux est quasiment identique dans les fractions 0-2 mm et 2-4 mm. Par contre, le constat n'est pas le même concernant les métaux non-ferreux. Le taux de récupération des métaux non-ferreux (aluminium, zinc, plomb, cuivre) dans la fraction 2-4 mm est nettement supérieure à celui relevé dans la fraction 0-2 mm. L'hypothèse qui explique ce phénomène est l'humidité, encore présente, dans les fractions fines des mâchefers [7, 8]. Les tensions capillaires existantes entre les particules très fines sont assez élevées, et ne permettent pas une séparation optimale entre la fraction minérale et les métaux non ferreux. Néanmoins, la méthodologie développée dans le cadre de cette recherche a permis de récupérer, davantage, les particules ferreuses et non-ferreuses pour épurer au mieux les mâchefers d'incinération.

Le tableau 3.14 montre quelques statistiques retrouvées dans la littérature, sur les taux de récupération des particules d'aluminium et de fer à travers différents procédés de traitement des mâchefers d'incinération.

Tableau 3.14 – Taux de récupération des particules de fer et d'aluminium dans les mâchefers

Sources référentielles	Fraction granulaire	Taux de récupération amont et aval (en masse)	Références bibliographiques
France Aluminium Recyclage (2006)	Non renseigné	35% Al/Al	[46]
Association incinérateurs NL (2006)	Non renseigné	48.2% Al/Al	[46]
Muchova and Rem État de l'art (2007)	Non renseigné	82.48% Fe/Fe	[46]
Muchova and Rem	0-2 mm	9-28 % Al/Al	[46]
Usine pilote AEB	2-6 mm	0% Al/Al	[46, 77]
Amsterdam (2007)	6-20 mm	83% Al/Al	[46, 77]
	Non renseigné	87% Al/Al	[46, 77]
		83% Fe/Fe	[46, 77]
Manders (2008)	Non renseigné	55-65% Al/Al	[46]
ADR-Inashco	2-8 mm	89% Al/Al	[8]
Biganzoli (2012)	Non renseigné	26-37% Al/Al	[86]

Nous pouvons ainsi dire que les valeurs obtenues sur les métaux ferreux récupérés à travers la méthodologie de traitement développée dans cette étude sont dans les mêmes ordres de grandeur voire supérieures (90% en moyenne), par rapport à celles retrouvées dans la littérature (83% [77], 82.48% [46]).

Nous constatons des différences importantes sur les taux de récupération de l'aluminium dans la littérature. Plus les fractions sont larges, plus le taux de récupération de l'aluminium est élevé (ADR-Inashco 89% [8], Muchova et Rem 83-87% [46, 77]). Ces différences peuvent aussi être dues à la quantité d'aluminium réellement présente dans ces différentes fractions.

Par ailleurs, les valeurs obtenues sur la récupération de l'aluminium dans la fraction 0-2 mm sont supérieures à celles obtenues sur le projet pilote AEB d'Amsterdam en 2007. Il convient de préciser que ce projet pilote était dans sa version expérimentale à cette période et sans doute que le procédé de séparation a évolué. Les valeurs obtenues sur la fraction 2-4 mm (MAC-A (46%), MAC-S (52%), MAC-H (62%)) à travers cette méthodologie semblent être dans les mêmes proportions que celles des procédés Manders (2008) et Association incinérateurs néerlandais (2006), malgré que la fraction traitée n'a pas été spécifiée.

### 3.5 Caractérisation minéralogique des grains de mâchefers

La caractérisation minéralogique s'est effectuée uniquement sur les sables de mâchefers traités et non traités de fraction granulaire 0-2 mm par les techniques d'analyses de diffraction aux rayons X (DRX). L'essai a pour but d'identifier les phases minérales présentes dans les matériaux.

L'équipement utilisé est un diffractogramme du type D5000 de la marque Siemens qui a

permis de ressortir les principaux types de minéraux retrouvés dans la phase cristalline.

Les figures 3.15 et 3.16 présente une analyse comparative des trois diffractogrammes des sables de mâchefers non traités et traités de fraction 0-2 mm pour les provenances MAC-A, MAC-S et MAC-H.

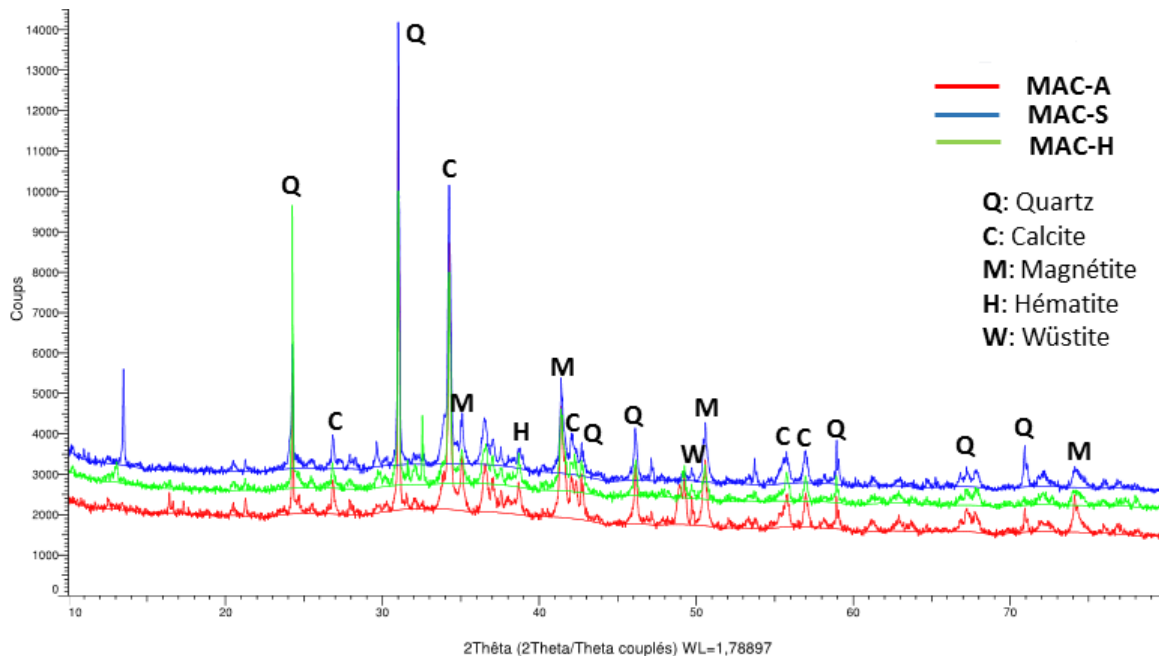


FIGURE 3.15 – Diffractogrammes des sables de mâchefers non traités MAC-A, MAC-S et MAC-H

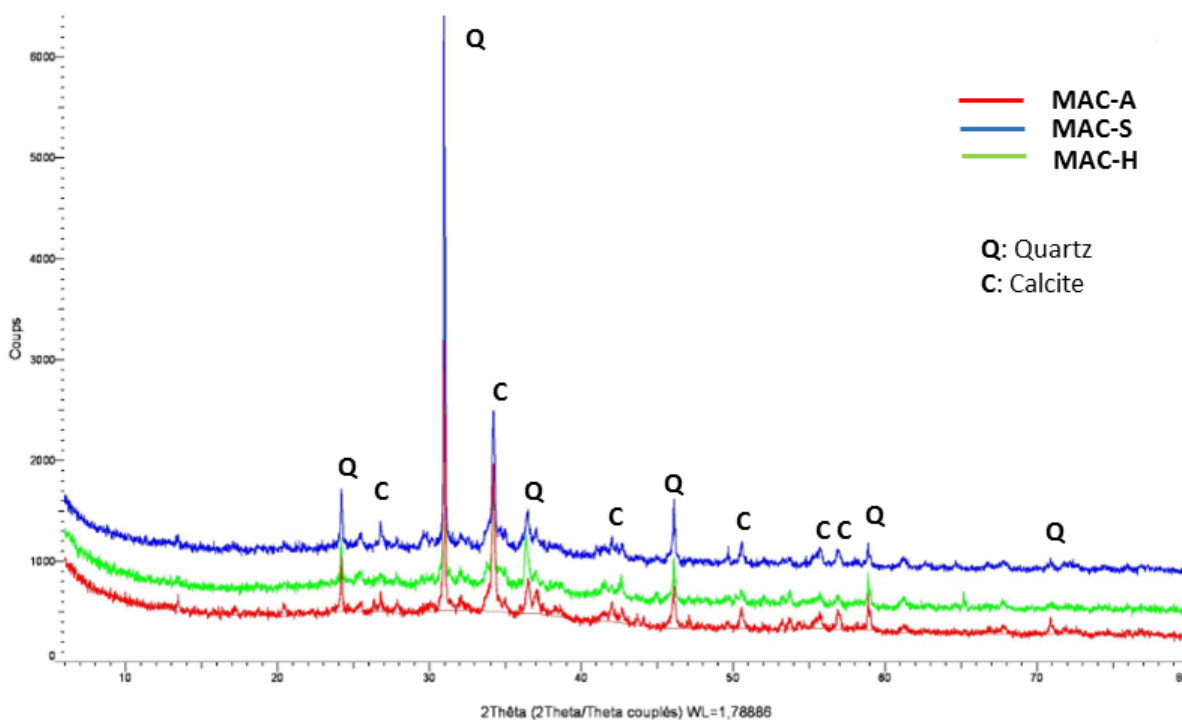


FIGURE 3.16 – Diffractogrammes des sables de mâchefers traités MAC-A, MAC-S et MAC-H

A travers la figure 3.15, nous observons que quelle que soit la provenance des mâchefers

d'incinération utilisés dans l'étude, les principales espèces minérales identifiées sont quasiment identiques dans les trois matériaux non traités. Nous identifions le quartz, la calcite, la magnétite, l'hématite, la gehlenite, qu'on retrouve aussi bien dans la littérature comme étant les principales phases minérales déterminées dans la plupart des mâchefers d'incinération produits en Europe [3, 28].

Au niveau des sables de mâchefers traités (Fig. 3.16), nous observons que les principales phases minérales présentes sont le quartz et la calcite. D'autres phases sont aussi identifiées mais présentent des pics d'intensité beaucoup plus faibles comparativement aux pics de quartz et calcite. Nous pouvons citer entre autres l'hématite, l'oxyde de calcium dans les sables MAC-H et MAC-S et certaines espèces composées comme l'aluminate tricalcium ( $C_3A$ ), présentes dans le sable MAC-A. Les diffractogrammes des trois sables de mâchefers traités MAC-A, MAC-S et MAC-H sont présentés en annexe F, page 212.

Les résultats de l'analyse par DRX effectuée sur les sables de mâchefers d'incinération traités et non traités ne permettent pas de quantifier les minéraux présents dans la phase cristalline et la phase amorphe. Par conséquent, compte tenu des applications identifiées dans l'étude (matériaux cimentaires), il est souhaitable de réaliser une analyse quantitative de phases par méthode de Rietveld afin de qualifier et de quantifier les éléments chimiques présents dans la phase amorphe.

### 3.6 Caractérisation environnementale des mâchefers

La caractérisation environnementale des mâchefers d'incinération de l'étude a été opérée à travers des essais de lixiviation sur les particules de grains.

Ces essais permettent d'évaluer le potentiel de relargage des métaux lourds présents dans les mâchefers. L'analyse s'est déroulée sur les particules de mâchefers conformément à la norme NF EN 12457-2 [108]. Les matériaux, préalablement séchés à l'étuve (105 °C) jusqu'à l'obtention d'une masse constante, sont broyés à un diamètre inférieur à 4 mm. Par la suite, le matériau est introduit dans un bocal contenant de l'eau déminéralisée avec un rapport L/S égal à 10 et le tout mis en agitation (rotation) autour d'un axe horizontal pendant 24 h, à une vitesse de 11 tours/minute (Fig. 3.17).



FIGURE 3.17 – Dispositif expérimental de rotation pour les analyses de lixiviation

Les éluats recueillis après 24 h, sont filtrés (filtre de  $0.45 \mu\text{m}$ ) et analysés à travers la spectroscopie d'émission plasma (ICP). Les concentrations obtenues sur les différentes fractions de mâchefers d'incinération ont été comparées relativement aux valeurs seuils admissibles des catégories "V1" et "V2" fixées par l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011 [4]. Les catégories "V1" et "V2" sont des classes d'usages des ouvrages routiers, pouvant utiliser les mâchefers d'incinération comme des matériaux granulaires secondaires. Les résultats présentés dans les différents tableaux sont des moyennes de trois mesures expérimentales.

Tableau 3.15 – Comportement à la lixiviation de la fraction 0-2 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A		MAC-S		MAC-H		Valeur limite	
	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	Non traité 0-2 mm	Traité 0-2 mm	V1	V2
Arsenic	<0.03	<0.1	0.03	<0.1	0.03	<0.1	0.6	0.6
Baryum	1.00	0.9	0.86	0.90	1.60	1.0	56	28
Cadmium	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	0.05	0.05
Chrome total	1.52	<0.01	0.24	<0.01	0.62	<0.01	2	1
Cuivre	1.84	1.0	0.90	1.1	4.50	1.1	50	50
Mercure	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	0.01	0.01
Molybdène	0.62	<0.1	0.34	<0.1	1.89	<0.1	5.6	2.8
Nickel	0.01	<0.02	<0.007	<0.007	0.02	<0.02	0.5	0.5
Plomb	<0.09	<0.04	<0.09	<0.04	<0.09	<0.04	1.6	1.0
Antimoine	0.19	<0.1	0.34	<0.1	0.05	<0.1	0.7	0.6
Sélénium	0.11	<0.1	0.10	<0.1	0.10	<0.1	0.1	0.1
Zinc	<0.04	<0.02	<0.04	<0.02	0.10	<0.02	50	50
Fluorures	n.d	~ 10	n.d	~ 10	n.d	~ 10	60	30
Chlorures	5081	2830	5238	3130	6120	2740	10000	5000
Sulfates	7951	7700	12540	9740	5650	5059	10000	5000

n.d. : non déterminé

Tableau 3.16 – Comportement à la lixiviation de la fraction 2-4 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A		MAC-S		MAC-H		Valeur limite	
	Non traité 2-4 mm	Traité 2-4 mm	Non traité 2-4 mm	Traité 2-4 mm	Non traité 2-4 mm	Traité 2-4 mm	V1	V2
Arsenic	<0.1	<0.03	<0.1	<0.03	<0.1	<0.03	0.6	0.6
Baryum	1.0	1.01	0.8	1.0	1.40	1.14	56	28
Cadmium	<0.002	0.001	<0.002	0.001	<0.002	0.001	0.05	0.05
Chrome total	<0.01	0.11	<0.01	0.13	<0.01	0.11	2	1
Cuivre	1.0	0.44	0.50	0.42	1.70	0.47	50	50
Mercure	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	0.01	0.01
Molybdène	<0.1	0.83	<0.1	0.18	<0.1	0.22	5.6	2.8
Nickel	<0.02	<0.01	<0.02	<0.01	<0.02	<0.01	0.5	0.5
Plomb	<0.04	0.03	<0.04	<0.02	<0.04	0.03	1.6	1.0
Antimoine	<0.1	0.50	<0.1	0.51	<0.1	0.40	0.7	0.6
Sélénium	<0.1	0.05	<0.1	0.07	<0.1	<0.04	0.1	0.1
Zinc	<0.02	<0.004	<0.02	<0.004	<0.02	<0.01	50	50
Fluorures	~ 10	~ 2	~ 10	~ 2	~ 10	~ 2	60	30
Chlorures	3310	1468	3520	1436	5210	2032	10000	5000
Sulfates	5410	4134	8470	2571	4440	3580	10000	5000

Tableau 3.17 – Comportement à la lixiviation des fractions 2-6 et 6-20 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A		MAC-S		MAC-H		Valeur limite	
	2-6 mm	6-20 mm	2-6 mm	6-20 mm	2-6 mm	6-20 mm	V1	V2
Arsenic	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	<0.03	0.6	0.6
Baryum	1.05	1.12	0.91	0.56	1.48	1.65	56	28
Cadmium	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	0.05	0.05
Chrome total	0.33	0.06	0.11	0.02	0.02	<0.005	2	1
Cuivre	0.95	0.15	0.58	0.14	2.66	0.87	50	50
Mercure	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	0.01	0.01
Molybdène	0.21	0.21	0.26	0.10	0.21	0.15	5.6	2.8
Nickel	<0.007	<0.007	<0.007	<0.007	<0.007	<0.007	0.5	0.5
Plomb	<0.09	<0.09	<0.09	<0.09	<0.09	0.09	1.6	1
Antimoine	0.37	0.32	0.47	<0.03	0.13	0.27	0.7	0.6
Sélénium	<0.08	<0.08	0.10	<0.08	<0.08	<0.08	0.1	0.1
Zinc	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	50	50
Fluorures	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	60	30
Chlorures	3418	1213	4026	914	3693	1242	10000	5000
Sulfates	7338	3880	9145	1763	6231	4672	10000	5000

Tableau 3.18 – Comportement à la lixiviation de la fraction 0-20 mm (mg/kg)

Élément	MAC-A	MAC-S	MAC-H	Valeur limite	
	0-20 mm	0-20 mm	0-20 mm	V1	V2
Arsenic	<0.03	0.03	<0.03	0.6	0.6
Baryum	1.05	0.88	1.48	56	28
Cadmium	<0.002	<0.002	<0.002	0.05	0.05
Chrome total	0.17	0.05	0.10	2	1
Cuivre	1.0	0.46	2.67	50	50
Mercure	n.d	n.d	n.d	0.01	0.01
Molybdène	0.50	0.23	0.43	5.6	2.8
Nickel	<0.007	<0.007	<0.007	0.5	0.5
Plomb	<0.09	<0.09	<0.09	1.6	1.0
Antimoine	0.28	0.33	0.16	0.7	0.6
Sélénium	<0.08	0.09	<0.08	0.1	0.1
Zinc	<0.04	<0.04	<0.04	50	50
Fluorures	n.d	n.d	n.d	60	30
Chlorures	3000	3424	3573	10000	5000
Sulfates	5883	8533	4380	10000	5000

A travers l'analyse des tableaux 3.15, 3.16, 3.17 et 3.18 qui présentent le comportement à la lixiviation des particules de mâchefers d'incinération, plusieurs observations peuvent se décliner :

- i) Sur la fraction 0-20 mm des trois mâchefers d'incinération retenues dans l'étude, seuls les mâchefers de type MAC-H sont valorisables en technique routière pour les usages de type V1 et V2 suivant l'arrêté du 18 novembre 2011, pour les seuls paramètres analysés. Les mâchefers MAC-A et MAC-S quant à eux sont uniquement valorisables en techniques routières pour les usages de type V1, à cause de leurs teneurs en sulfates supérieures à la valeur seuil préconisée pour les usages de type V2.
- ii) Les concentrations des éluats sur la fraction 6-20 mm des trois mâchefers sont inférieures aux valeurs limites admissibles. Par conséquent, cette fraction est valorisable dans les usages de type V1 et V2. Ce constat ne s'observe pas sur les fractions 0-2 mm, 2-4 mm et 2-6 mm des mâchefers non traités. C'est le cas par exemple des teneurs en sulfates sur la fraction 2-6 mm, et de certains composés (chrome total et sélénium) dans la fraction 0-2 mm non traitée (MAC-A) qui sont supérieures aux valeurs limites admissibles de la catégorie V2.
- iii) Les concentrations des éluats sont nettement élevées dans les fractions fines (0-2 mm et 2-4 mm) des mâchefers non traités, contrairement à celles dans les fractions plus larges (6-20 mm). On est à même de conclure que les éléments les plus contraignants (fort relargage) se retrouvent dans la fraction 0-2 mm des mâchefers. L'hypothèse qui explique aussi le fort relargage dans les fractions fines des MIDND est due à la forte dissolution des MIDND (rapport surface / masse plus grande dans les fractions fines que dans celles grossières). Par conséquent, des mesures correctives doivent être préalablement prises avant toute valorisation dans le secteur de la construction. Une période de maturation assez longue (6

mois), peut être un début de réponse à ce problème afin de réduire la charge polluante des mâchefers d'incinération notamment dans les fractions fines.

- iv) D'une manière générale, les concentrations des éluats des mâchefers traités sont nettement inférieures à celles des mâchefers non traités, quelle que soit la provenance. Ce résultat est dû au broyage des mâchefers de la fraction globale. Le broyage des particules larges (6-20 mm), faiblement chargées en polluants, a permis de diminuer la charge polluante dans les fractions fines. Par ailleurs, on observe que les teneurs en sulfates des mâchefers traités dans la fraction 0-2 mm, bien qu'inférieures à celles des mâchefers non traités, sont supérieures aux valeurs limites de la catégorie V2. Par conséquent, les trois mâchefers traités de cette fraction ne peuvent qu'être valorisables pour les usages de type V1. Des solutions envisageables existent pour réduire rapidement la charge de la fraction soluble et la matière organique dans les mâchefers d'incinération : la maturation accélérée ou le lavage à l'eau. Muchova [6] a montré que les concentrations des lixiviats de certains composés (sels solubles) étaient toujours supérieures aux valeurs limites admissibles lorsque les mâchefers d'incinération étaient traités par les procédés de séparation standards.
- v) Dans la fraction 2-4 mm, les mâchefers traités de type MAC-H, MAC-A et MAC-S peuvent être valorisés dans les usages de catégories V1 et V2 conformément à l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011.

En définitive, les valeurs des éluats étant supérieures aux valeurs limites conformément à la réglementation française en vigueur, on peut dire que le temps de maturation des mâchefers d'incinération qui ont fait l'objet de la présente étude (2-4 mois), n'a pas été suffisamment long pour permettre de réduire considérablement le taux de la fraction soluble et les concentrations de certains composés dans les différentes fractions.

### 3.7 Conclusions

Ce chapitre avait pour objectif d'élaborer une carte d'identité des différentes fractions de mâchefers traités et non traités et de montrer l'impact de la méthodologie adoptée sur l'enlèvement des métaux ferreux et non-ferreux dans les fractions granulaires 0-4 mm.

La caractérisation physique s'est effectuée à travers les analyses granulométriques, d'absorption en eau, de masses volumiques réelles et absolues et de pertes au feu. On observe que les mâchefers d'incinération de l'étude ont une distribution granulaire semblable à celui du sable normalisé (0-2 mm), et des MIDND produits au Pays-Bas (CG-Muchova). On observe une baisse significative des masses volumiques réelles et absolues sur les mâchefers traités contrairement à celles des mâchefers non traités. Le même constat est fait sur les pertes au feu.

Les analyses de fluorescence X ont permis de quantifier les éléments présents dans les matériaux. Quelle que soit la provenance, les composants majeurs retrouvés dans la plupart des fractions étudiées sont le silicium, le calcium, le fer, l'aluminium, le potassium et le magnésium.

Les analyses effectuées au DRX sur les fractions 0-2 mm des MIDND traités et non traités ont permis de déterminer les phases minérales présentes. Le quartz, la calcite et les oxydes de fer ont été identifiés comme étant les minéraux majoritaires dans les MIDND analysés.

La minéralisation acide au micro-onde a permis de diluer certains éléments minéraux et par



conséquent de quantifier la présence de particules métalliques dans les matériaux traités et non traités. La méthodologie adoptée dans cette étude a permis de récupérer en moyenne 21% à 30% d'aluminium, 90% de fer, en moyenne 40% de zinc et plus de 50% de cuivre dans les fractions 0-2 mm des mâchefers. Dans la fraction 2-4 mm, le taux de récupération de l'aluminium est évalué à 46%, 52% et 62% respectivement pour les mâchefers MAC-A, MAC-S et MAC-H. Quant aux cuivre, plomb et fer, ils sont estimés respectivement entre (62-80%), 70% et 90%. Par ailleurs, nous observons que le taux de récupération des métaux ferreux et non-ferreux est supérieur dans la fraction 2-4 mm, contrairement à celui de la fraction 0-2 mm.

Les concentrations des éluats sur les mâchefers traités sont inférieures à celles des mâchefers non traités, bien que dans la fraction 0-2 mm, les valeurs obtenues sont supérieures aux valeurs limites pour les usages de type V2. Par conséquent, les mâchefers traités de la fraction 0-2 mm sont uniquement valorisables pour les usages de type V1 tandis que les mâchefers traités de la fraction 2-4 mm sont valorisables pour les usages de type V1 et V2, conformément à l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011.

Étant donné que les différents résultats obtenus sur ce chapitre ont montré l'impact positif de la méthodologie proposée, l'étude physico-mécanique et environnementale des mortiers contenant des sables de mâchefers traités de granulométrie 0-2 mm (fraction la plus critique) a été réalisée.

## Comportement des sables de mâchefers dans une matrice cimentaire

Ce chapitre est consacré à l'étude physico-mécanique et environnementale des mortiers à base de mâchefers d'incinération, spécifiquement formulés avec la fraction granulaire 0-2 mm de MIDND. Dans cette finalité, le squelette granulaire d'un sable normalisé a été substitué à différentes proportions volumiques par des sables de mâchefers traités et non traités pour confectionner des éprouvettes prismatiques. Deux ciments ont été utilisés dans l'étude : un ciment Portland ordinaire CEM I (52,5 N) et un ciment de laitiers CEM III/A (42,5 N). Les propriétés physiques et mécaniques ont été déterminées sur les éprouvettes confectionnées à 7 jours, 28 jours, 90 jours et 180 jours de cure humide. Des analyses sur l'évolution du retrait et du gonflement des éprouvettes de mortiers, ont également été menées au cours cette recherche.

## 4.1 Introduction

Ce chapitre expose la caractérisation physico-mécanique des mortiers de ciment confectionnés avec les mâchefers d'incinération. Dans un premier temps, le choix et la justification des matériaux et matériels utilisés dans le cadre de l'étude sont présentés. Ensuite, la méthodologie de formulation des mortiers à base de sables de mâchefers traités et non traités est exposée explicitement tout en décrivant les deux modes expérimentaux (essais d'affaissement au cône MBE et d'étalement sur la table à secousses) pour déterminer les doses de saturation de l'adjuvant utilisé sur les différents mortiers confectionnés. Les raisons des différents taux de substitution du sable normalisé par le sable de mâchefers non traités et traités dans la formulation sont également exposées. Enfin, les résultats obtenus sur les essais de porosité, de densité, de compression mono axiale, de modules dynamiques et les mesures de retrait et gonflement sur les éprouvettes confectionnées à 7 jours, 28 jours, 90 jours et 180 jours sont présentés et discutés.

## 4.2 Matériaux

Plusieurs matériaux ont été utilisés dans le cadre de la formulation des mortiers à base de sables de mâchefers d'incinération.

### 4.2.1 Choix des ciments de l'étude

Deux types de ciment ont été utilisés pour la formulation des mortiers : le ciment portland type CEM I 52,5 N et le ciment de laitiers de hauts fourneaux type CEM III-A 42,5 N (EN-197-1 [109]). Ces deux ciments ont des résistances à la compression à 28 jours de 61 MPa et de 56 MPa, respectivement pour le CEM I et le CEM III. L'orientation s'est portée sur ces ciments car nous avons fait le choix de travailler d'une part avec un ciment Portland communément utilisé dans les matériaux cimentaires, composé de 97% de clinker (CEM I) et d'autre part, avec un ciment à plus faible impact environnemental (CEM III/A) composé de 54% de clinker et 43% de laitiers de hauts fourneaux. Le ciment de laitier a une teneur en éléments alcalins inférieure à celle du ciment Portland. Les deux ciments sont produits par ailleurs localement dans la région Hauts-de-France. Les caractéristiques physiques et chimiques des deux ciments sont répertoriées dans les fiches techniques (Cf. § Annexe D.1, page 206).

### 4.2.2 Choix de l'adjuvant

Dans l'optique d'améliorer l'ouvrabilité des matériaux cimentaires contenant les mâchefers d'incinération et d'orienter les applications identifiées à l'échelle industrielle, le choix s'est orienté sur l'utilisation d'un adjuvant du type "MasterGlenium SKY 537" dans les formulations des mortiers à base de MIDND. Cet adjuvant est un superplastifiant à haut réducteur d'eau pour béton à faible E/C qui permet de conserver une maniabilité fluide pendant plus de 1 h 30 sans effet de retard de prise. Il est également adapté pour les matériaux présentant des proportions élevées en éléments fins. Les caractéristiques de ce superplastifiant sont répertoriées dans la section Cf. § Annexe E, page 209.

### 4.2.3 Choix des sables de l'étude

Dans le cadre de cette recherche, le sable normalisé CEN EN 196-1 a été utilisé comme sable naturel de référence entrant dans les formulations des mortiers.

La caractérisation physico-chimique et environnementale (Cf. § 3, page 81) effectuée sur les différentes fractions granulaires des mâchefers traités et non traités a révélé que de toutes ces fractions, la fraction 0-2 mm contrairement aux autres (2-4 mm, 2-6 mm et 6-20 mm), est celle qui est fortement chargée en métaux lourds, en fractions solubles et en matières organiques [6, 52]. Par conséquent, c'est cette fraction granulaire qui a été retenue dans l'étude de formulation des matériaux cimentaires, car considérée comme la plus critique.

A travers l'analyse de la distribution granulaire observée sur les courbes granulométriques (Fig. 3.2, page 84), le sable de mâchefers de la fraction 0-2 mm issu des différentes provenances a été utilisé pour substituer le squelette granulaire du sable normalisé. Compte tenu des différences de masses volumiques réelles entre le sable normalisé ( $2.7 \text{ g/cm}^3$ ) et les sables de mâchefers ( $1.9\text{-}2.0 \text{ g/cm}^3$ ), la substitution s'est faite en proportions volumiques. Les différents taux de substitution volumique sont de 100%, 75% et 50% pour les trois types de mâchefers traités dans l'optique de valoriser le maximum de sables de mâchefers dans les applications cimentaires, et également de rentabiliser la ligne de traitement proposée sur le plan économique. Par ailleurs, des éprouvettes de mortiers ont également été confectionnées avec des sables de mâchefers non traités (0-2 mm) mais uniquement en substitution volumique totale (100%), pour évaluer l'impact du traitement proposé sur les propriétés mécaniques des mortiers.

## 4.3 Méthodologie de formulation des mortiers

### 4.3.1 Compatibilité des matériaux

D'une part, l'évaluation de la compatibilité des ciments et de l'adjuvant a été réalisée dans le but de déterminer la courbe de saturation des ciments - superplastifiant et d'évaluer les propriétés rhéologiques des coulis de ciments dans le temps. D'autre part, la dose de saturation de l'adjuvant sur les mortiers à base de mâchefers a été déterminée dans l'optique de faire un choix sur la valeur en superplastifiant retenue, pour la formulation des mortiers de MIDND.

#### 4.3.1.1 Saturation ciment - adjuvant

La courbe de saturation des ciments par le superplastifiant est réalisée à travers l'essai au cône de Marsh (Fig 4.1).



FIGURE 4.1 – Cône de Marsh

Cet essai consiste à mesurer la rapidité d'écoulement du coulis sous l'effet de son propre poids, à travers un ajutage ou une buse. Plus l'écoulement est rapide, plus le coulis de ciment sera considéré fluide.

#### 4.3.1.1.1 Préparation du coulis

Nous avons utilisé 2000 g de ciment avec un ratio E/C égal à 0.3. Le superplastifiant était dosé dans le mélange en pourcentages de poids du ciment. Les étapes qui suivent ont permis de préparer en moyenne 1.5 litres de coulis de ciment.

- i) Introduire 2/3 de la quantité d'eau (20 ° C) dans le bol du malaxeur en arrêt ;
- ii) Introduire le ciment et 1/3 de la dose du superplastifiant dans le malaxeur et démarrer le chronomètre ( $t_0$ ) ;
- iii) Mélanger à petite vitesse pendant 30 secondes ;
- iv) Introduire la quantité d'eau restante pendant 30 secondes en laissant le malaxeur tourner à petite vitesse ;
- v) Malaxer à grande vitesse pendant 30 secondes ;
- vi) Arrêter le malaxage pendant 30 secondes et racler le bol à l'aide de la spatule en caoutchouc ;
- vii) Introduire les 2/3 restant de l'adjuvant ;
- viii) Reprendre le malaxage à petite vitesse pendant 15 secondes, puis à grande vitesse pendant 1 min 45 secondes.

#### 4.3.1.1.2 Mode opératoire

L'essai s'est déroulé dans un environnement dont la température était estimée à 20 ° C et une humidité relative supérieure à 90%. Un conteneur, d'un volume de 1000 ml pour mesurer le

volume écoulé de coulis et la buse de 12.5 mm de diamètre ont été choisis.

A la fin du malaxage, on introduit le coulis de ciment dans le cône jusqu'à un repère préalablement défini en amont. La première mesure s'effectue à  $t_0 + 5$  min (retrait du bouchon de la buse). Les mesures ont été faites à  $t_0 + 5$  min,  $t_0 + 15$  min,  $t_0 + 30$  min,  $t_0 + 60$  min et  $t_0 + 120$  min dans l'optique de mesurer la fluidité du coulis dans le temps. Entre deux mesures, le coulis de ciment est laissé au repos dans le bol du malaxeur et recouvert par un film plastique. Le coulis est à nouveau mélangé pendant 15 secondes à vitesse lente, une minute avant chaque nouvelle mesure.

#### 4.3.1.1.3 Détermination de la dose de saturation

La dose de saturation en superplastifiant est considérée comme atteinte lorsque la fluidité du coulis de ciment, qui augmente avec le dosage en adjuvant, atteint une valeur plancher. Si on augmente le dosage en adjuvant après cette valeur plancher, il se peut que le coulis de ciment initialement fluide devienne visqueux [110]. Cette valeur est donc considérée comme la dose de saturation, où un ajout de superplastifiant ne fluidifie plus le coulis de ciment. Les courbes de saturation pour les ciments CEM I et CEM III sont présentées sur la figure 4.2 (vitesse d'écoulement du coulis en fonction du rapport adjuvant sur ciment (A/C) en extrait sec).

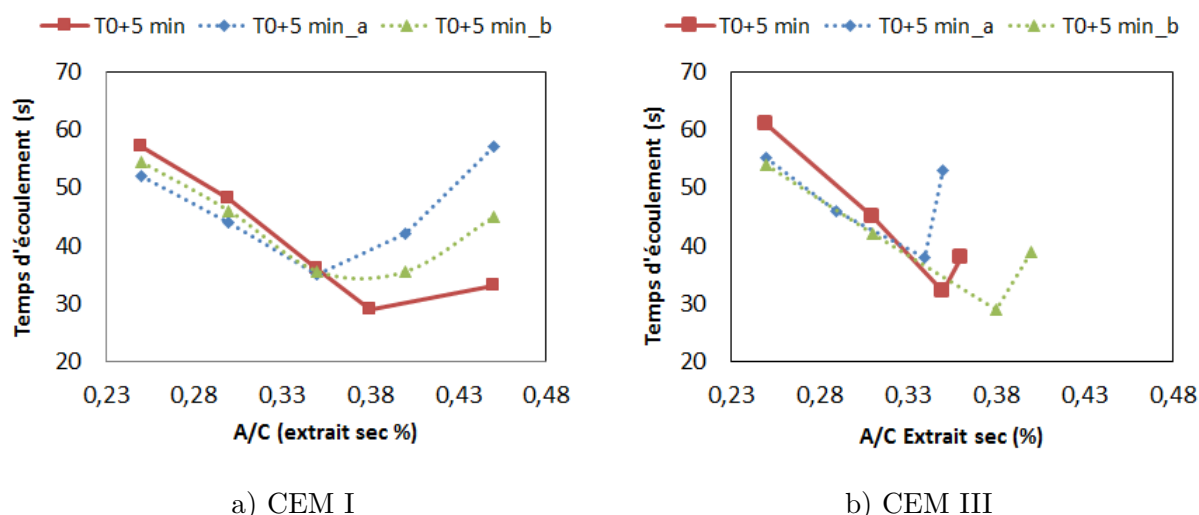


FIGURE 4.2 – Courbes de saturation ciment - superplastifiant

A l'analyse de la figure 4.2, on observe deux phases sur chacune des courbes. Une première phase décroissante, où le coulis se fluidifie avec l'augmentation du superplastifiant et une seconde phase croissante, où avec l'augmentation de la dose de l'adjuvant, le coulis devient visqueux. Cela permet donc d'identifier la dose de saturation pour le CEM I et le CEM III à 0,38% d'extrait sec. Toutefois, il est nécessaire de signaler que des différences ont été observées sur la répétabilité de cet essai ( $T_0+5$  min,  $T_0+5$  min<sub>a</sub>,  $T_0+5$  min<sub>b</sub>), bien que les essais aient été réalisés dans les mêmes conditions ambiantes décrites initialement. Par ailleurs, les valeurs obtenues sur les trois mesures se retrouvaient toujours dans les mêmes proportions (0,35 - 0,38%) (Fig. 4.2). L'hypothèse susceptible d'expliquer ce résultat est la proportion des teneurs en fines quasiment semblables pour les deux ciments retenus.

Dans un second temps, nous avons évalué la consistance du coulis de ciment jusqu'à 2 heures

après sa formulation. Les courbes obtenues sont présentées sur la figure 4.3.

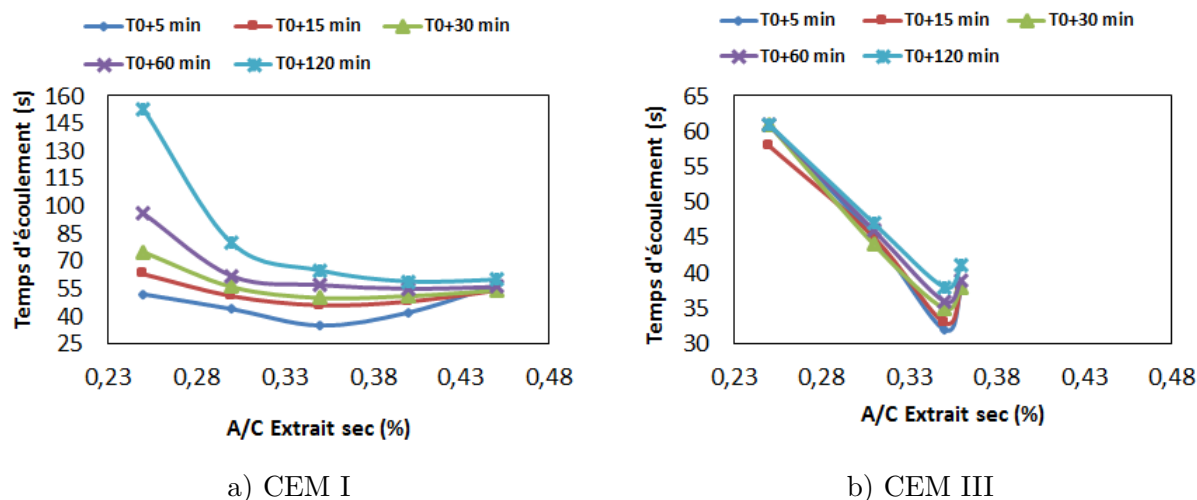


FIGURE 4.3 – Viscosité du coulis en fonction du dosage en superplastifiant dans le temps

Sur la figure 4.3, deux constats peuvent être faits. Concernant le ciment CEM I, on remarque que pour les dosages d'adjuvants inférieurs à 0,28% d'extrait sec, le coulis perd très rapidement de son ouvrabilité et devient très visqueux après 120 minutes. Par ailleurs, lorsqu'on est dans les dosages en adjuvants supérieurs à 0,33%, il conserve ses propriétés rhéologiques jusqu'à la fin de l'essai.

Par contre au niveau du ciment CEM III, quelle que soit la dose en superplastifiant, le coulis de ciment a conservé sa consistance initiale pendant toute la durée de l'essai. Des analyses complémentaires doivent être effectuées pour expliquer la différence du comportement rhéologique des mortiers frais, après plusieurs minutes de formulation, sur les deux ciments utilisés.

#### 4.3.1.2 Saturation ciment - adjuvant - sable de mâchefers

La détermination de la dose de saturation sur les mortiers a été réalisée sur la formulation la plus défavorable, c'est-à-dire les mortiers dans lesquels le sable normalisé a été totalement substitué par la fraction 0-2 mm du sable de mâchefers. Pour toute l'étude, la valeur retenue a été maintenue fixe pour toutes les formulations tant en substitution totale (100%) qu'en substitution partielle (75% et 50%).

##### 4.3.1.2.1 Préparation des mortiers

Les mortiers contenant intégralement le sable normalisé ont été confectionnés conformément à la norme EN 196-1 [97].

Quant aux mortiers de sable de mâchefers, nous avons utilisé un sable préalablement séché à 105 ° C, jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Les différentes étapes de la préparation se résument comme suit :

- i) Introduire le sable sec dans le bol du malaxeur et la quantité d'eau correspondant à sa masse d'absorption en eau ;
- ii) Mélanger à vitesse lente pendant 30 secondes ;

- iii) Introduire 1/3 de l'adjuvant et 70% de l'eau de gâchage ;
- iv) Malaxer pendant 15 secondes à vitesse lente ;
- v) Introduire le ciment, le malaxeur étant à l'arrêt et déclencher le chronomètre ( $t_0$ ) ;
- vi) Malaxer pendant 30 secondes à vitesse lente puis pendant 30 secondes à vitesse rapide ;
- vii) Introduire l'eau de gâchage restant pendant 30 secondes à vitesse lente ;
- viii) Arrêter le malaxage pendant 30 secondes et râcler le bol avec la spatule en caoutchouc ;
- ix) Ajouter les 2/3 de l'adjuvant restant et reprendre le malaxage à vitesse lente pendant 15 secondes, puis à vitesse rapide pendant 1 min 45 secondes.

Les mortiers à base de sable normalisé et de sables de mâchefers ont été réalisés dans les conditions ambiantes suivantes : la température est égale à 20 ° C et l'hygrométrie est supérieure à 90%.

Deux méthodes ont été utilisées pour déterminer la dose de saturation sur les mortiers à base de mâchefers d'incinération : l'affaissement au cône mortier béton équivalent (MBE) et l'étalement sur la table à secousse.

#### 4.3.1.2.2 Méthode au cône MBE

Le protocole expérimental de la mesure de l'affaissement au cône MBE est conforme à la procédure décrite dans la référence [111]. Les dimensions géométriques du cône MBE sont égales à 100 mm et 50 mm de diamètre, respectivement pour la base et le sommet, avec une hauteur égale à 150 mm.

A la fin du malaxage, le cône initialement propre et sec est rempli en trois couches d'égales hauteurs qui seront mises en place au moyen de la tige de piquage actionnée 15 fois par couche. Après avoir arasé en roulant la tige de piquage sur le bord supérieur du moule, le démoulage s'opère en soulevant le moule avec précaution ( $\pm 2$  secondes) et ce, le plus verticalement possible. La mesure de l'affaissement s'est effectuée au point le plus haut (Cf. Fig 4.4).



a) Matériels de mesure    b) Mesure de l'affaissement

FIGURE 4.4 – Dispositif expérimental de mesure de l'affaissement au cône MBE



#### 4.3.1.2.3 Méthode de l'étalement sur la table à secousses

La détermination de l'étalement des mortiers frais sur la table à secousses a été déterminée conformément à la norme NF EN 1015 [112]. Cet essai permet de déterminer la consistance d'un mortier frais par la mesure de l'augmentation du diamètre d'un cône démoulé sur une table à secousse et soumis à un nombre fixe de secousses. Les mesures du diamètre du mortier ont été effectuées dans deux directions perpendiculaires à l'aide d'une règle graduée (Fig 4.5).



FIGURE 4.5 – Dispositif expérimental de mesure de l'étalement sur la table à secousses

#### 4.3.1.2.4 Mesures de la dose de saturation sur mortiers

Les valeurs obtenues de l'affaissement au cône MBE et de l'étalement sur la table à secousses sont présentées dans les figures 4.6, 4.7 et 4.8 respectivement pour les mortiers de mâchefers MAC-A, MAC-S et MAC-H.

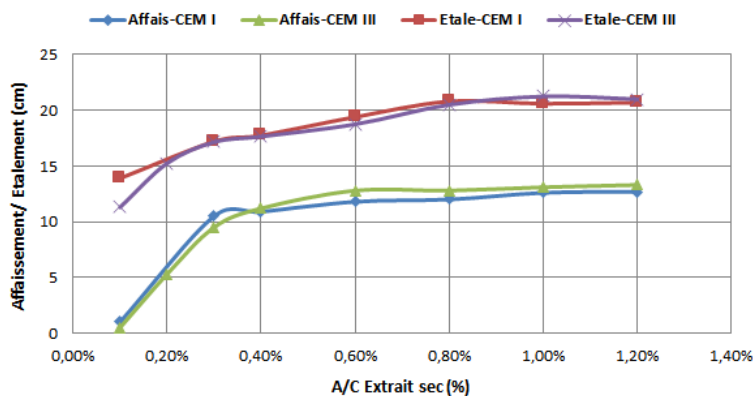


FIGURE 4.6 – Mesures d'étalement et d'affaissement des mortiers MAC-A CEM I et CEM III

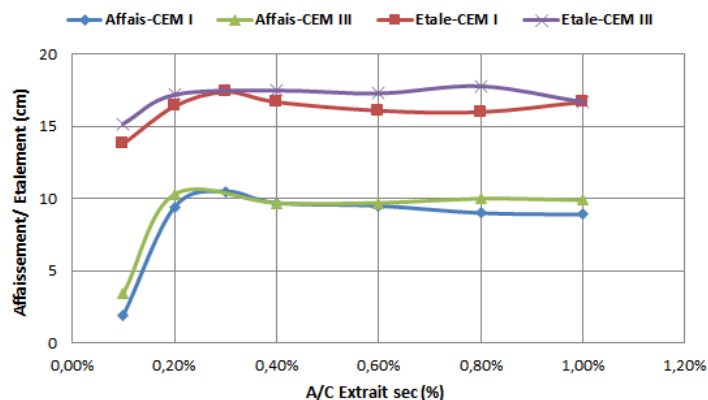


FIGURE 4.7 – Mesures d'étalement et d'affaissement des mortiers MAC-S CEM I et CEM III

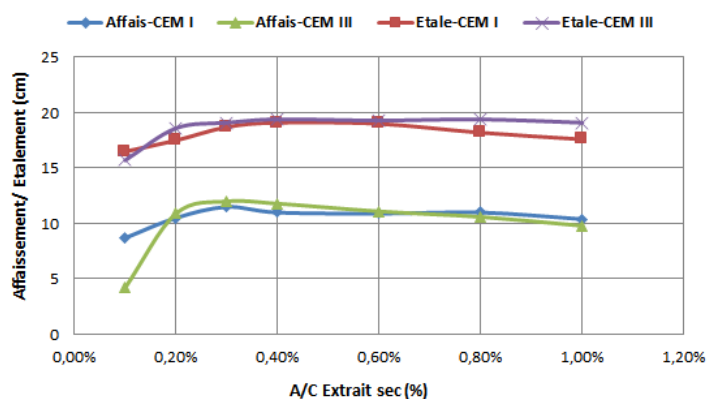


FIGURE 4.8 – Mesures d'étalement et d'affaissement des mortiers MAC-H CEM I et CEM III

La saturation est obtenue lorsqu'on atteint une valeur stable, quelle que soit l'augmentation du dosage en superplastifiant dans le mélange. Ainsi, on estime que les doses de saturation sont de 0,8% pour les mortiers MAC-A et de 0,4% pour les mortiers MAC-S et MAC-H, d'extrait sec en poids de ciment. Par ailleurs, on observe qu'il n'y a pas de différence au niveau des courbes de saturation entre les deux ciments utilisés.

La valeur adoptée pour le dosage en adjuvant dans cette étude expérimentale est de 0,3% d'extrait sec en poids de ciment. Cette valeur a été retenue pour trois raisons principales :

- i) Les étalements mesurés sur les mortiers à base de mâchefers, indépendamment de la provenance, se trouvaient dans les intervalles de mesures de l'étalement du mortier normalisé (18 à 20 cm) ;
- ii) La valeur choisie devrait être inférieure à la dose de saturation des mortiers MAC-S et MAC-H afin d'éviter l'apparition de phénomènes de ségrégation observés lors des essais (Fig 4.9) ;
- iii) Le choix d'une valeur constante pour toutes les formulations de mortiers va faciliter la comparaison au niveau des résultats obtenus.



FIGURE 4.9 – Phénomènes de ségrégation observés dans la phase de saturation

### 4.3.2 Composition des mortiers

Trois types de sables ont été utilisés pour la confection des éprouvettes : le sable normalisé, les sables de mâchefers traités et non traités de la fraction granulaire 0-2 mm.

Les mortiers à base intégrale de sable normalisé (référentiel) ont été confectionnés conformément à la norme EN 196-1 [97].

Les mortiers à base de mâchefers traités et non traités ont été confectionnés en suivant le protocole expérimental décrit dans le paragraphe Cf. § 4.3.1.2.1, page 118. Les taux de substitution du sable normalisé par le sable de mâchefers traités sont de 100%, 75% et 50% en proportions volumiques. Cependant, nous avons fait le choix d'une substitution totale pour les sables de mâchefers non traités.

La formulation des mortiers à base de mâchefers non traités a été réalisée en considérant les mêmes hypothèses que celles des mâchefers traités (dosage en adjuvant égal à 0.3% d'extrait sec). Par ailleurs, nous avons obtenu un mortier quasiment sec et très rigide (Fig 4.10).



FIGURE 4.10 – Mortiers de ciment à base des mâchefers non traités

Dans l'optique de comparer les propriétés mécaniques des mortiers entre la phase pré et post traitement, nous avons fait le choix de formuler les mortiers à ouvrabilité équivalente. Le processus va consister à augmenter le dosage en eau dans le mélange à base de mâchefers non traités jusqu'à obtenir un étalement sur la table à secousses de l'ordre de 17 à 18 cm de diamètre, proche de celui obtenu sur les mortiers contenant les mâchefers traités.

Les tableaux 4.1 et 4.2 présentent respectivement la composition des mortiers à base de sable normalisé (SN) et de mâchefers traités d'une part, et d'autre part, la composition des mortiers à base de sables de mâchefers non traités.

Après le malaxage, le mortier frais est conditionné dans des moules prismatiques en polystyrène de dimensions géométriques  $40 \times 40 \times 160$  mm en deux couches égales. Chaque couche est compactée à l'aide d'une table vibrante, pour une meilleure disposition du mortier dans le moule. Après le remplissage de la deuxième couche de mortier, les éprouvettes sont recouvertes par un film plastique et mises en salle de conservation ( $T=20 \pm ^\circ \text{C}$  et  $HR \geq 90\%$ ). Les échantillons sont démoulés 24 h après et puis conservés dans des bassins d'eau en immersion totale pendant toute la période de la cure. Pour limiter une éventuelle contamination des échantillons pendant la phase de cure humide, les éprouvettes étaient conservées dans des bassins d'eau différents recouverts, en fonction de la provenance des mâchefers et du type de ciment utilisé. Les moules prismatiques en polystyrène ont été choisis contrairement aux moules en acier pour des raisons pratiques de confection des éprouvettes.

Un essai de flexion trois points est réalisé conformément à la norme EN 196-1 sur les éprouvettes prismatiques et les deux parties obtenues sont ensuite utilisées pour réaliser les essais de compression mono axiale.

Tableau 4.1 – Composition des mortiers à base de sables normalisé et mâchefers traités

Nomination	SN	MAC-A				MAC-S			MAC-H		
		0%	50%	75%	100%	50%	75%	100%	50%	75%	100%
$E_{efficace}/C$	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
$E_{total}/C$	0.5	0.58	0.62	0.66	0.6	0.66	0.71	0.58	0.62	0.65	0.65
Ciment (g)	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450	450
Sable normalisé (g)	1350	675	337.5	0	675	337.5	0	675	337.5	0	0
Mâchefers traités (g)	0	475	712.5	950	500	750	1000	490	735	980	980
Eau absorption (g)	0	35.6	53.4	71.3	46.8	70.2	93.6	34.6	51.9	69.2	69.2
Adjuvant liquide (g)	0	6.75	6.75	6.75	6.75	6.75	6.75	6.75	6.75	6.75	6.75
Eau adjuvant (g)	0	5.4	5.4	5.4	5.4	5.4	5.4	5.4	5.4	5.4	5.4
Eau hydratation (g)	225	219.6	219.6	219.6	219.6	219.6	219.6	219.6	219.6	219.6	219.6

Tableau 4.2 – Composition des mortiers à base de sables de mâchefers non traités

Nomination	MAC-A	MAC-S	MAC-H
Taux de substitution	100%	100%	100%
$E_{total}/C$	1.05	0.85	0.81
Ciment (g)	450	450	450
Mâchefers non traités (g)	975	900	855
Eau absorption (g)	101.6	105.3	86.2
Adjuvant liquide (g)	6.75	6.75	6.75
Eau adjuvant (g)	5.4	5.4	5.4
Eau hydratation (g)	219.6	219.6	219.6
Eau ajoutée (g)	147	52	53
Étalement table à secousses (cm)	17.5	17.5	17.7

## 4.4 Étude sur la caractérisation des mortiers

L'étude sur la caractérisation des mortiers à base de mâchefers a été réalisée en plusieurs étapes. Tout d'abord, une caractérisation physico-mécanique a permis de déterminer les résistances à la compression, les modules dynamiques et les densités des éprouvettes à différents jours de cure. Ensuite, une caractérisation du réseau poreux des mortiers confectionnés avec les sables de mâchefers d'incinération est réalisée à l'appui des résultats d'essais au porosimètre mercure. Enfin, une caractérisation environnementale des monolithes à base des MIDND à 180 jours de cure humide a été réalisée pour évaluer le potentiel de relargage des MIDND dans l'environnement. Des essais de retrait et gonflement sur les mortiers contenant les mâchefers ont été effectués et les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus sur les mortiers de référence contenant le sable normalisé.

### 4.4.1 Caractérisation physico-mécanique

Les propriétés physiques et mécaniques ont été déterminées à 7 jours, 28 jours, 90 jours et 180 jours de cure pour les mortiers à base de sable normalisé et ceux à base de mâchefers traités tandis qu'elles ont été déterminées à 28 jours, 90 jours et 180 jours pour les mortiers à base de sables de mâchefers non traités.

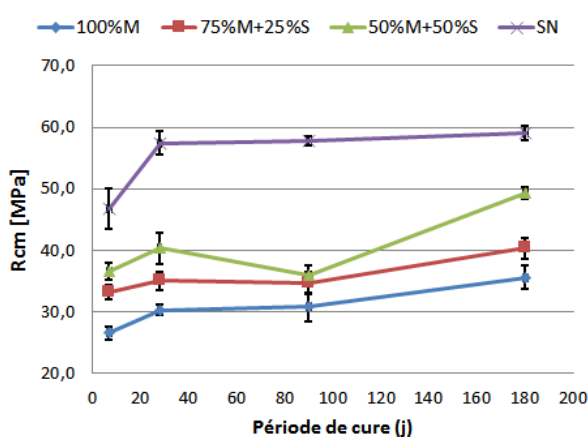
#### 4.4.1.1 Résistance à la compression mono axiale

Les essais de résistances à la compression ont été réalisés sur une presse électro-mécanique de marque Instron et de charge maximale de 150 kN (Fig 4.11).

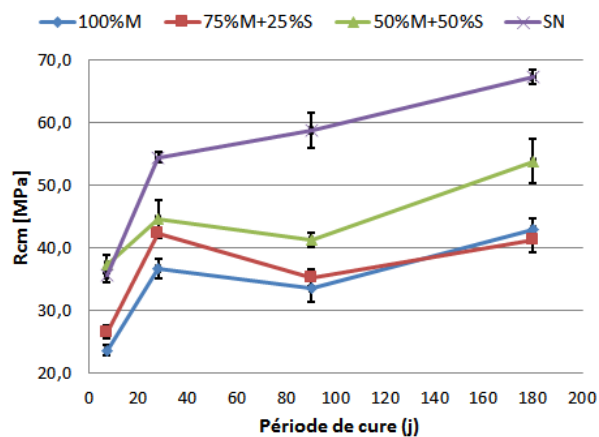


FIGURE 4.11 – Presse électro-mécanique Instron 150 kN

Les résultats de la résistance en compression présentés dans les figures 4.12, 4.13 et 4.14 sont les moyennes obtenues sur cinq mesures.

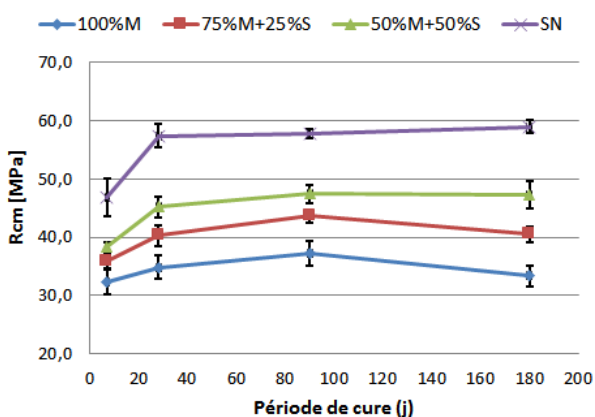


a) CEM I

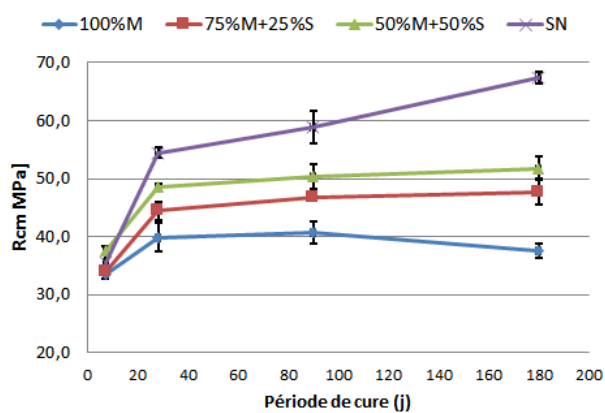


b) CEM III

FIGURE 4.12 – Résistance à la compression des mortiers MAC-A en fonction du temps de cure



a) CEM I



b) CEM III

FIGURE 4.13 – Résistance à la compression des mortiers MAC-S en fonction du temps de cure

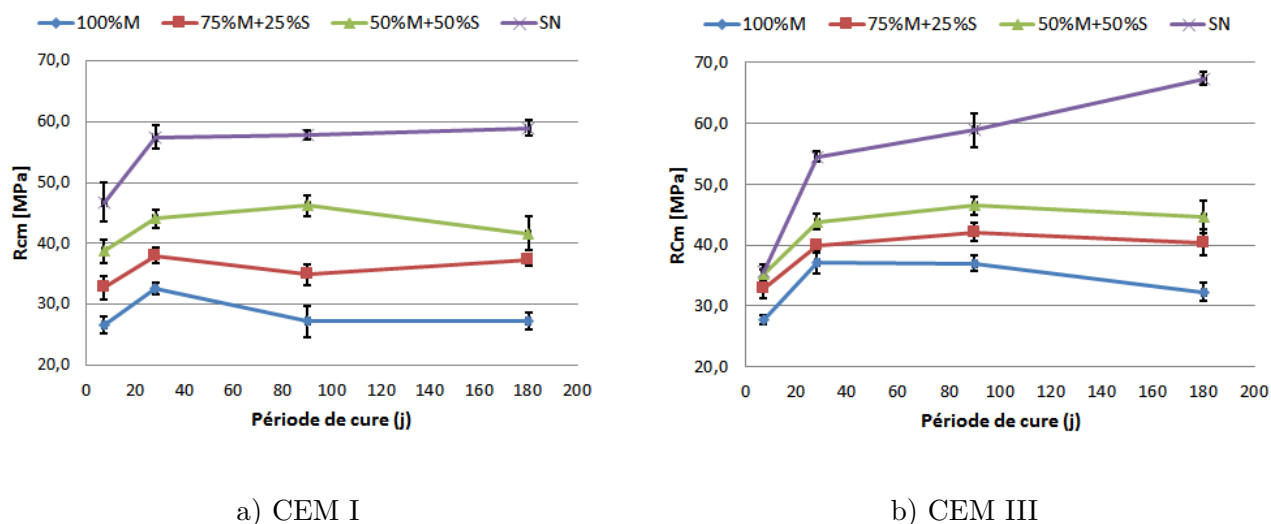


FIGURE 4.14 – Résistance à la compression des mortiers MAC-H en fonction du temps de cure

A travers l'analyse des figures 4.12, 4.13 et 4.14, les commentaires et observations suivants se résument en ces quelques points :

- i) Les résistances mécaniques des mortiers de référence à 28 jours de cure sont de 57.5 MPa pour le ciment de type CEM I et de 54.5 MPa pour le ciment de type CEM III. Par contre, à 180 jours, les valeurs sont quasiment stables pour le CEM I (59 MPa) tandis que les mortiers réalisés avec le CEM III donnent des valeurs moyennes de 67.4 MPa. Cette différence à 180 jours de cure montre que le CEM III n'a pas encore terminé sa phase d'hydratation contrairement au CEM I (28 jours).
- ii) Les résistances à la compression mono axiale diminuent avec l'augmentation du taux de substitution du sable normalisé par le sable de mâchefers. Le constat est le même pour les trois types de mâchefers. La chute de résistance s'explique par le rapport  $E/C$  des mortiers de sables de mâchefers qui est supérieur à celui du mortier normalisé. Aussi, que nous avons substitué un sable naturel de densité réelle égale à 2.64 par un sable de mâchefers dont la densité réelle est nettement inférieure (en moyenne 1.95) et les grains sont très poreux. Par conséquent, la différence de densités des mortiers confectionnés avec les mâchefers d'incinération et le sable de référence expliquent également la chute de résistance en fonction du taux de substitution (Cf. Tab. 4.3, 4.4, 4.7, 4.10).
- iii) Les résistances mécaniques des mortiers de sables de mâchefers réalisés avec le ciment de type CEM III sont supérieures aux valeurs obtenues sur les mortiers réalisés à base du CEM I à partir de 28 jours de cure.
- iv) Deux tendances se dessinent sur les mortiers confectionnés avec les sables de mâchefers d'incinération améliorés dans le cas du CEM I. D'une part, nous observons une augmentation de la résistance mécanique des mortiers réalisés avec les mâchefers MAC-A après 28 jours de cure jusqu'à 180 jours, bien qu'on constate une baisse de résistance à 90 jours dans certaines formulations. D'autre part, nous observons que les résistances mécaniques des mortiers réalisés avec les mâchefers MAC-S et MAC-H sont quasiment stables entre 28 et 180 jours de cure, comme dans le cas du mortier de référence à base du CEM I (SN-CEM

- I). Cette augmentation de résistance sur les mortiers MAC-A confectionnés avec le CEM I varie en moyenne de 6 à 9 MPa entre 28 et 180 jours de cure. On serait tenter de dire que ce gain de résistance pour ces mortiers peut être dû à une réaction pouzzolanique des particules fines présentes dans le sable de mâchefers de type MAC-A. Étant donné que les résistances des mortiers de référence avec le même ciment sont restées stables entre ces deux périodes de cure (28 et 180 jours). De plus, on observe également que les valeurs de résistances sont quasiment stables pour les mortiers MAC-S et MAC-H réalisés avec le CEM I à ces échéances. Néanmoins, des essais complémentaires (indice d'activité et minéralogie des microparticules) doivent être effectués pour confirmer cette hypothèse sur une potentielle réaction pouzzolanique entre les microparticules de silice des sables MAC-A d'avec les hydroxydes de calcium présents dans la matrice cimentaire.
- v) Les valeurs de résistances à la compression mono axiale diminuent à 180 jours de cure pour les mâchefers MAC-S et MAC-H. La baisse des résistances mécaniques pour les mortiers MAC-S et MAC-H à cette échéance peut s'expliquer par l'apparition de certaines pathologies de gonflement identifiées dans la littérature, précisément pour les mortiers MAC-H où la baisse des résistances mécaniques est significative après 28 jours de cure. Des analyses microscopiques doivent être réalisées sur ces éprouvettes pour identifier la présence de ces éventuelles pathologies. Cependant, le moyen de serrage des mortiers peut aussi être la cause de cette chute de résistance à certaines échéances. Le choix des moules en polystyrène n'a pas permis d'utiliser la table à chocs pour un conditionnement similaire de toutes les éprouvettes. Dès lors, l'hypothèse selon laquelle la non-uniformisation du conditionnement des éprouvettes confectionnées dans le cas des formulations de consistance très fluide (75%M+25%S, 50%+50%S), pourrait donc être à l'origine de la baisse de résistance mécanique à certaines échéances.
- vi) Bien qu'avec un rapport E/C élevé (0.71) par rapport aux deux autres formulations en substitution totale, les mortiers MAC-S donnent de meilleures résistances à la compression mono axiale à 28 jours de cure, suivis des mortiers MAC-H (E/C égal à 0.65) et MAC-A (E/C égal à 0.66) pour les deux ciments utilisés. Par contre, à 180 jours de cure, les meilleures résistances sont obtenues pour les mortiers MAC-A, suivis de MAC-S et MAC-H.
- vii) Les mortiers MAC-S (75%M+25%S) réalisés avec le CEM III donnent des résistances moyennes à 28 jours supérieures ou égales à la valeur caractéristique du ciment. Il en est de même pour les mortiers MAC-A (75%M+25%S) et les mortiers MAC-H (50%M+50%S). Par ailleurs, aucune formulation de mortiers de MIDND confectionnés avec le CEM I n'a pu obtenir des résistances moyennes équivalentes à la valeur caractéristique du ciment utilisé (52,5 N).

Dans l'optique d'évaluer le pourcentage de baisse de résistance mécanique en fonction du taux de substitution et de comparer les résultats obtenus à ceux retrouvés dans la littérature, nous avons défini une résistance relative qui est le rapport entre la résistance à la compression mono axiale des mortiers, confectionnés à différents temps de cure sur la résistance des mortiers de référence à cette même période de cure. Les résultats obtenus sont présentés dans les figures 4.15, 4.16 et 4.17.



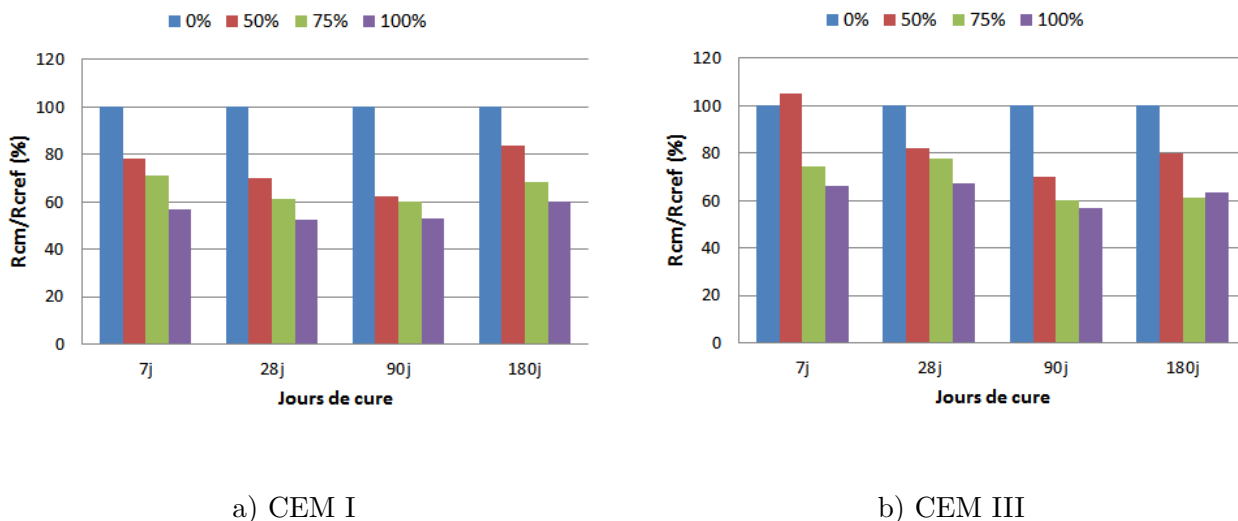


FIGURE 4.15 – Résistance relative entre la résistance des mortiers MAC-A et SN en fonction du temps de cure

Sur la figure 4.15, on observe que pour le CEM I, les résistances à la compression à 28 jours de cure correspondent à 70%, 61% et 53% de la valeur du mortier de référence respectivement pour les taux de substitution à 50%, 75% et 100%. Par ailleurs à 180 jours de cure, on constate une augmentation qui se trouve dans les proportions de 84%, 68% et 60% de la valeur référentielle.

Quant au CEM III, à 28 jours de cure, les résistances correspondent à 82%, 78% et 67% par rapport au mortier normalisé pour les taux de substitution de 50%, 75% et 100%. A 180 jours de cure, on observe une légère baisse. Les valeurs se trouvent dans la plage de 80% à 64% pour les trois taux de substitution.

Au regard des deux ciments utilisés pour les mortiers MAC-A, on est à même de dire que le CEM III donne de meilleures résistances par rapport au CEM I à 28 jours de cure. Par contre, à 180 jours de cure, les valeurs sont sensiblement égales pour les trois taux de substitution.

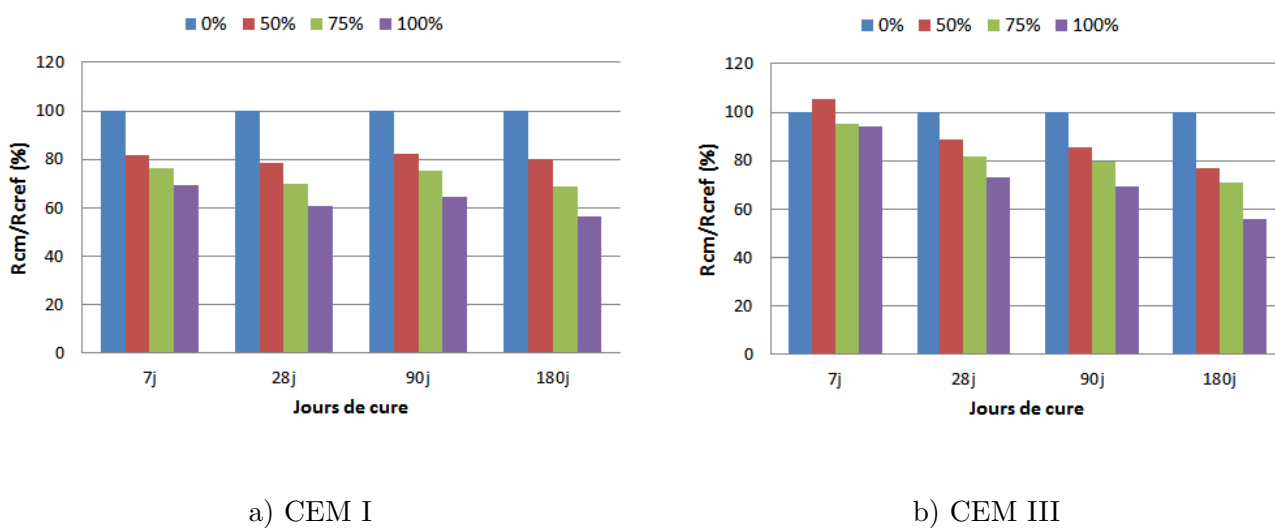


FIGURE 4.16 – Résistance relative entre la résistance des mortiers MAC-S et SN en fonction du temps de cure

Sur la figure 4.16, on observe que pour le CEM I, les valeurs à 28 jours et à 180 jours sont dans les mêmes proportions et se retrouvent en moyenne dans les intervalles de 80%, 70% et 60% respectivement pour les taux de substitution de 50%, 75% et 100%.

Par ailleurs, au niveau du CEM III, on observe une baisse de la résistance relative des mortiers MAC-S à 180 jours de cure comparativement à ceux de 28 jours de cure. Toutefois, il est important de signaler qu'à 28 jours de cure, on a obtenu des résistances équivalentes à 90%, 82% et 73% de la valeur du mortier de référence pour les taux de substitution de 50%, 75% et 100%.

Pour les mortiers MAC-S, on peut conclure que le CEM III donnent des meilleurs résultats à 28 jours de cure par rapport au CEM I. A 180 jours de cure, les valeurs obtenues sont sensiblement identiques entre le CEM I et le CEM III.

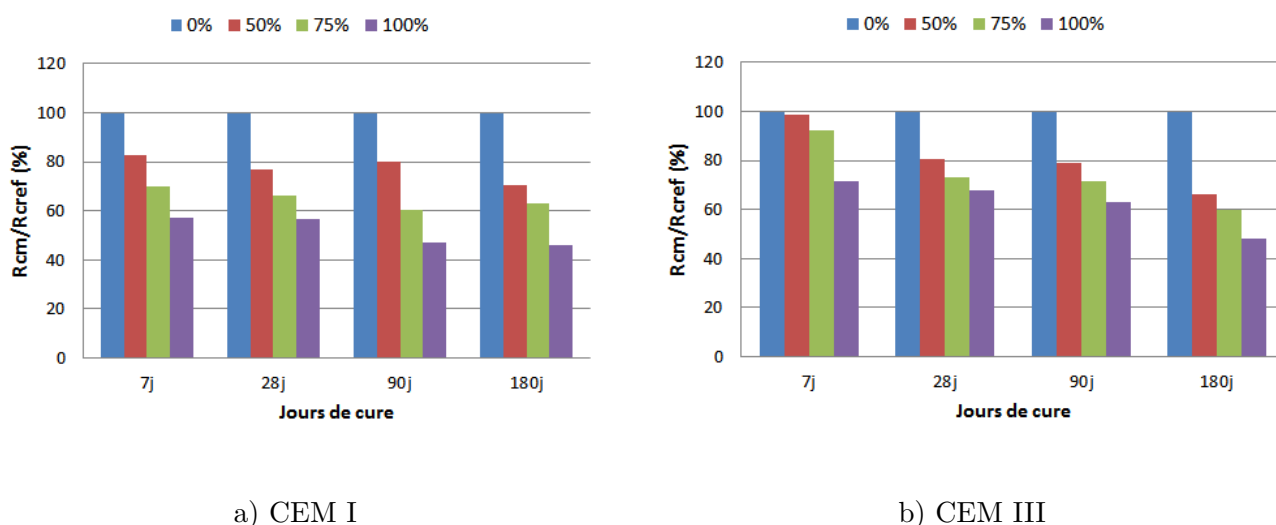


FIGURE 4.17 – Résistance relative entre la résistance des mortiers MAC-H et SN en fonction du temps de cure

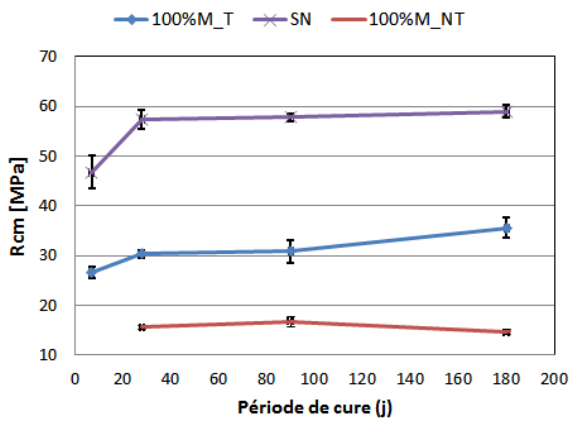
Sur la figure 4.17, on observe dans le cas du CEM I que pour les taux de substitution de 50%, 75% et 100%, les résistances obtenues à 28 jours de cure correspondent respectivement à 77%, 66% et 57% de la valeur de référence. A 180 jours de cure, on observe une baisse notamment pour le taux de substitution de 100% qui correspond à moins de 50% de la valeur de référence.

Dans le cas du CEM III, on observe une baisse de résistances par rapport au mortier normalisé entre 28 jours et 180 jours de cure. Ainsi, à 28 jours de cure, les résistances correspondent à 80%, 73% et 68% de la référence pour les taux de substitution 50%, 75% et 100%.

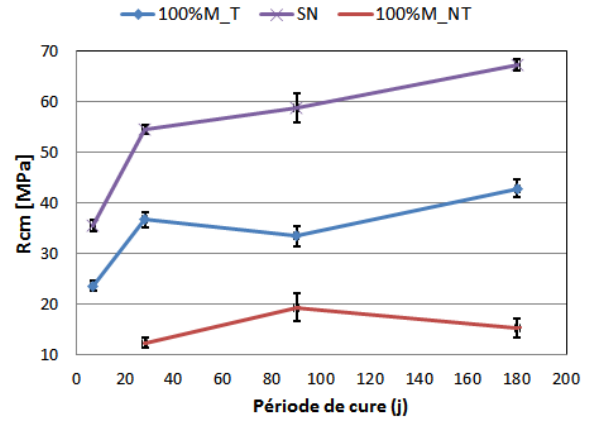
Au regard des deux ciments utilisés dans la confection des mortiers MAC-H, les meilleurs résultats à 28 jours de cure sont obtenus pour le CEM III.

Au regard des valeurs retrouvées dans la littérature (Cf. Tab. 1.22, page 47), nous pouvons dire que la méthodologie de traitement adoptée sur les mâchefers d'incinération utilisés a permis d'obtenir, de meilleures résistances mécaniques sur les mortiers à base de mâchefers traités. C'est le cas par exemple des mortiers MAC-S où à 28 jours de cure, nous avons obtenu des valeurs qui représentent 90%, 82% et 73% de la valeur du mortier de référence, supérieures aux valeurs obtenues au même taux de substitution pour les mortiers réalisés à base de mâchefers traités (vitrification à 1450 ° C + broyage et tamisage), Cf. § 1.22, page 47 [51].

Les figures 4.18, 4.19 et 4.20 présentent les résistances mécaniques des mortiers à base de mâchefers traités (M-T) et non traités (M-NT) respectivement pour les mâchefers MAC-A, MAC-S et MAC-H, ainsi que celle du mortier de référence (SN).

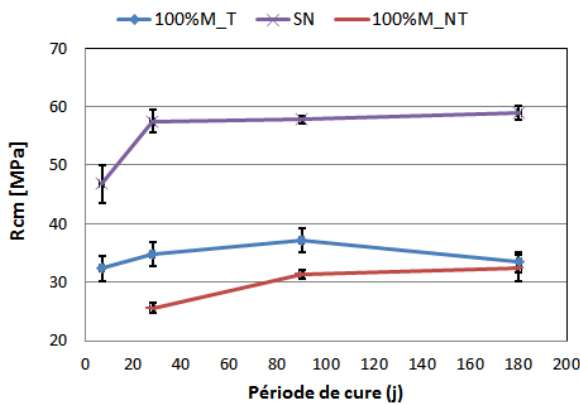


a) CEM I

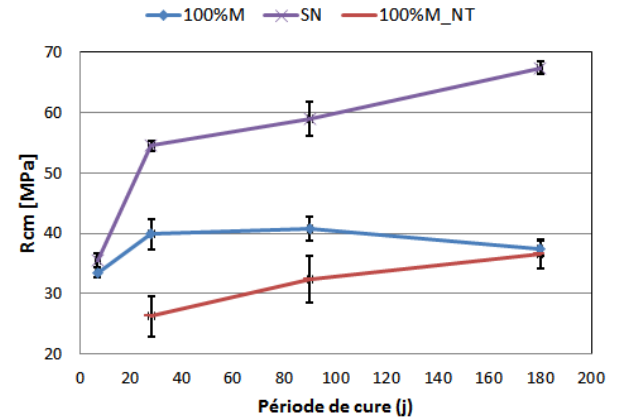


b) CEM III

FIGURE 4.18 – Résistances mécaniques des mortiers MAC-A traités et non traités

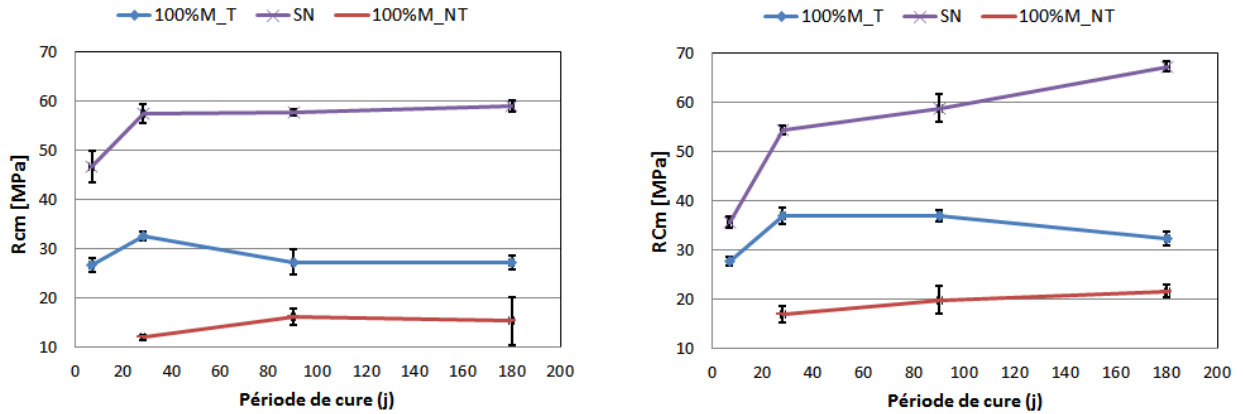


a) CEM I



b) CEM III

FIGURE 4.19 – Résistances mécaniques des mortiers MAC-S traités et non traités



a) CEM I

b) CEM III

FIGURE 4.20 – Résistances mécaniques des mortiers MAC-H traités et non traités

A travers l'analyse des figures 4.18, 4.19 et 4.20, nous observons que :

- i) Les résistances à la compression mono axiale des mortiers, à base de mâchefers non traités MAC-A, sont largement inférieures à celles des mâchefers traités pour les deux ciments utilisés. La raison qui justifie ces résultats est sans doute la quantité d'eau importante utilisée pour obtenir une consistance du mortier frais équivalente à celle du mortier contenant les mâchefers traités. Avec un rapport E/C très élevé (1.05), il restera un surplus d'eau après l'hydratation, donc une porosité capillaire très importante qui va entraîner une chute de la résistance mécanique. De plus, nous avons aussi observé que les densités des mortiers non traités étaient inférieures ( $1.6 - 1.7 \text{ g/cm}^3$ ) à celles des mortiers à base de mâchefers traités ( $1.8 - 1.9 \text{ g/cm}^3$ ).
- ii) Les résistances à la compression mono axiale des mortiers MAC-S contenant les mâchefers non traités sont légèrement inférieures à celles des mâchefers traités aux premiers jours de cure, mais sont quasiment identiques à 180 jours de cure. Le constat est le même pour les ciments CEM I et CEM III. Deux raisons peuvent tenter d'expliquer ces résultats. Nous avons observé que le rapport E/C est dans les mêmes proportions entre les mortiers traités ( $E/C=0.71$ ) et ceux non traités ( $E/C=0.85$ ). Ainsi, il n'y a donc pas une porosité capillaire importante qui va considérablement abaisser les propriétés mécaniques des mortiers. De plus, les densités des mortiers à base des mâchefers traités et non traités se retrouvent dans les mêmes intervalles (en moyenne  $1.9 \text{ g/cm}^3$ ). Cependant, nous observons également que pour les mortiers à base de sables de mâchefers traités, les résistances chutent entre 90 et 180 jours tandis qu'elles augmentent aux mêmes échéances pour les sables de mâchefers non traités. L'hypothèse susceptible d'expliquer cette augmentation de résistances par rapport au mortiers à base de sables traités est sans doute due au rôle joué par les particules d'aluminium (dans les sables non traités) à long terme pour former certains composés susceptibles d'apporter un gain de résistance aux mortiers. Par exemple, la stratlingite ( $C_2ASH_8$ ) est un composé qui se forme en présence des  $C_2S$ , du gel d'alumine ( $Al_2O_3$ ) et de 10% de la portlandite ( $Ca(OH)_2$ ) [113]. Midgley et Rao [113] ont pu montrer dans leurs travaux que la présence de la stratlingite dans la pâte de ciment pouvait apporter un gain de résis-

tance à long terme comparativement aux mortiers qui n'en contiennent pas. Cependant, des analyses au DRX sur les mortiers confectionnés avec les sables de mâchefers non traités et traités doivent être effectuées pour vérifier la présence de tels composés dans la matrice cimentaire et confirmer notre hypothèse.

- iii) Les résistances mécaniques des mortiers MAC-H non traités sont inférieures à celles des mortiers traités. Les raisons de cette baisse de résistance sont quasiment les mêmes que celles évoquées pour les mortiers MAC-A non traités. De plus, nous constatons des différences entre les densités des mortiers non traités ( $1.5 - 1.6 \text{ g/cm}^3$ ) et celles des mortiers traités ( $1.8 - 1.9 \text{ g/cm}^3$ ).
- iv) Nous observons aussi de manière générale que les résistances à la compression des mortiers réalisés avec le CEM III sont supérieures à celles avec le CEM I.

En conclusion, nous suggérons également pour une meilleure compréhension et interprétation des résultats, de faire des analyses microscopiques sur ces différents mortiers afin de vérifier si la chute des résistances mécaniques n'est pas due à une ou plusieurs pathologies formées à l'intérieur de la matrice cimentaire (formation du gel d'aluminium, ettringite secondaire, etc.).

#### 4.4.1.2 Module dynamique sur les mortiers

Les modules dynamiques sur les mortiers confectionnés ont été réalisés à l'aide de l'"Emodumeter" du type V-E-400 de la marque James Instruments. Cet appareil se compose d'un accéléromètre, d'un banc d'essai et de balles en acier pour impulser une fréquence sur l'éprouvette (Fig 4.21).

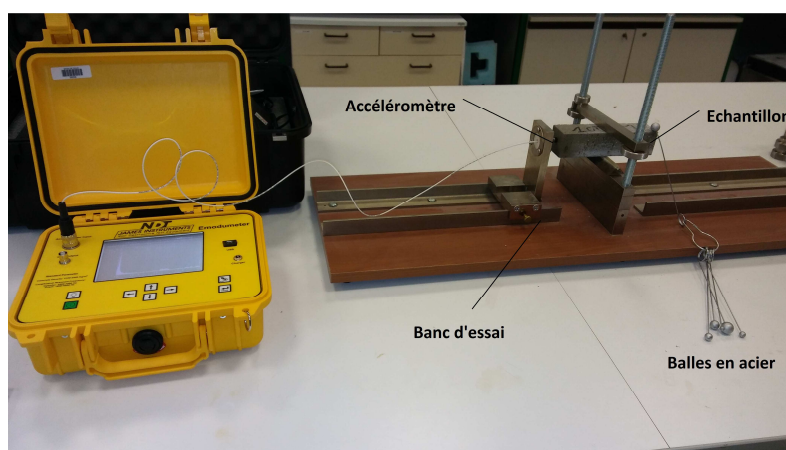


FIGURE 4.21 – Mode opératoire des mesures de module dynamique

L'essai consiste à impulser une fréquence à l'aide des balles en acier sur une des extrémités de l'échantillon. L'accéléromètre, placé à l'autre extrémité de l'éprouvette, va enregistrer cette fréquence. On détermine les valeurs du module dynamique en fonction des paramètres de l'éprouvette (forme, dimensions et masse) et des expressions mathématiques ci-dessous correspondantes

aux éprouvettes de formes prismatiques.

$$E = D \times M \times N'^2 \quad (4.1)$$

$$D = 4 \times L \div (b * t) \quad (4.2)$$

M : masse de l'éprouvette (kg)

L : longueur de l'échantillon (m)

b : base de l'échantillon (m)

t : épaisseur de l'échantillon (m)

N' : fréquence mesurée (Hz)

Les résultats bruts des propriétés physico-mécaniques obtenus aux différentes périodes de cure sur les mortiers contenant les sables de MIDND traités et normalisés sont répertoriés dans les tableaux 4.3, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.8, 4.9, 4.10, 4.11 et 4.12.

Tableau 4.3 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers SN

Provenance	SN							
	CEM I				CEM III			
Type de ciment								
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	39.8	41.3	42.3	42.0	31.9	37.6	42.5	43.3
$R_{cm}$ [MPa]	46.8	57.5	57.8	59.0	35.6	54.5	58.9	67.4
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	2.26	2.24	2.27	2.26	2.22	2.22	2.25	2.24
$\eta$ [%]	14.2	14.0	13.7	12.5	13.2	11.6	11.0	9.2

$E_{dyn}$ ,  $R_{cm}$ ,  $\rho$  et  $\eta$  sont respectivement le module dynamique, la résistance à la compression mono axiale, la masse volumique totale et la porosité des éprouvettes de mortiers confectionnées (porosité par intrusion de mercure).

Tableau 4.4 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-A 100%M

Provenance	MAC-A 100%							
	Type de ciment	CEM I				CEM III		
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	17.4	18.1	19.5	21.6	16.6	20.7	20.9	22.8
$R_{cm}$ [MPa]	26.5	30.3	30.8	35.6	23.6	36.7	33.5	42.9
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	1.80	1.80	1.82	1.87	1.79	1.87	1.87	1.91
$\eta$ [%]	31.0	30.5	27.8	25.8	27.1	25.2	25.2	21.9

Tableau 4.5 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-A 75%+25%S

Provenance	MAC-A 75%+25%S							
	Type de ciment	CEM I				CEM III		
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	24.2	22.7	23.7	25.8	20.9	24.4	23.7	26.1
$R_{cm}$ [MPa]	33.2	35.1	34.7	40.3	26.5	42.3	35.3	41.2
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	2.00	1.92	1.95	1.99	1.91	1.96	1.93	1.99
$\eta$ [%]	22.1	25.3	24.0	22.1	23.3	21.8	23.7	21.2

Tableau 4.6 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-A 50%M+50%S

Provenance	MAC-A 50%M+50%S							
	Type de ciment	CEM I				CEM III		
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	29.3	29.4	28.3	31.6	29.3	29.5	29.4	33.9
$R_{cm}$ [MPa]	36.6	40.3	36.0	49.3	37.4	44.7	41.3	53.9
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	2.12	2.05	2.04	2.10	2.14	2.07	2.06	2.13
$\eta$ [%]	18.8	21.1	21.5	18.1	17.2	16.7	18.6	13.7

Tableau 4.7 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-S 100%M

Provenance	MAC-S 100%M							
	Type de ciment	CEM I				CEM III		
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	18.6	20.2	21.1	18.6	19.8	21.1	21.9	20.4
$R_{cm}$ [MPa]	32.4	34.8	37.2	33.4	33.5	39.8	40.8	37.5
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	1.85	1.86	1.87	1.77	1.93	1.89	1.90	1.83
$\eta$ [%]	27.9	24.6	25.5	28.4	24.1	23.7	22.6	27.9

Tableau 4.8 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-S 75%M+25%S

Provenance	MAC-S 75%M+25%S							
	Type de ciment	CEM I				CEM III		
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	24.2	25.2	26.8	24.4	24.9	25.8	27.4	26.3
$R_{cm}$ [MPa]	35.8	40.3	43.6	40.5	33.9	44.4	46.8	47.7
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	2.03	2.01	2.03	1.94	2.04	2.02	2.04	1.99
$\eta$ [%]	22.8	22.5	20.3	22.1	21.7	20.7	18.5	19.1

Tableau 4.9 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-S 50%M+50%S

Provenance	MAC-S 50%M+50%S							
	Type de ciment	CEM I				CEM III		
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	30.3	30.7	32.3	30.7	28.8	31.3	33.2	32.4
$R_{cm}$ [MPa]	38.3	45.1	47.5	47.3	37.6	48.5	50.3	51.8
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	2.16	2.13	2.13	2.10	2.16	2.13	2.15	2.10
$\eta$ [%]	18.9	18.8	16.7	18.1	18.7	15.8	14.9	13.6



Tableau 4.10 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-H 100%M

Provenance	MAC-H 100%M							
	CEM I				CEM III			
Type de ciment								
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	19.5	21.7	19.4	18.7	20.4	23.4	23.4	20.1
$R_{cm}$ [MPa]	26.7	32.6	27.3	27.2	27.7	37.1	37.0	32.0
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	1.85	1.94	1.81	1.77	1.92	1.97	1.93	1.80
$\eta$ [%]	27.3	25.9	27.9	30.0	25.3	21.8	21.9	27.4

Tableau 4.11 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-H 75%M+25%S

Provenance	MAC-H 75%M+25%S							
	CEM I				CEM III			
Type de ciment								
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	25.1	27.7	26.5	25.7	25.8	27.7	30.5	26.8
$R_{cm}$ [MPa]	32.8	38.1	34.9	37.3	32.9	39.9	42.2	40.4
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	2.04	2.10	2.02	1.98	2.09	2.06	2.15	2.00
$\eta$ [%]	24.3	21.4	22.9	20.3	19.7	18.5	17.9	19.1

Tableau 4.12 – Propriétés physico-mécaniques sur les mortiers MAC-H 50%M+50%S

Provenance	MAC-H 50%M+50%S							
	CEM I				CEM III			
Type de ciment								
Période de cure	7j	28j	90j	180j	7j	28j	90j	180j
$E_{dyn}$ [GPa]	31.0	32.2	33.2	29.6	29.4	31.2	33.8	31.8
$R_{cm}$ [MPa]	38.7	44.1	46.3	41.7	35.1	43.9	46.5	44.6
$\rho$ [ $g/cm^3$ ]	2.17	2.15	2.16	2.06	2.16	2.15	2.16	2.11
$\eta$ [%]	19.3	18.5	17.5	19.5	17.1	15.5	14.4	16.2

L'observation faite à travers l'analyse des propriétés mécaniques sur les mortiers confectionnés montre que les valeurs obtenues sur les modules dynamiques des mortiers à base de mâchefers (essais non destructifs) et les résistances à la compression mono axiale (essais destructifs) décrivent parfaitement des comportements similaires à différentes échéances de cure humide. Ainsi, nous avons donc tenté d'une part, d'établir une corrélation entre le module dynamique et la résistance à la compression à travers les différentes valeurs expérimentales obtenues sur les éprouvettes. Les figures 4.22, 4.23 et 4.24 présentent les corrélations entre les deux paramètres, respectivement pour les mortiers MAC-A, MAC-S et MAC-H. D'autre part, de vérifier si les modèles théoriques existants du module élastique sécant, qui ne sont pas déterminées de la même manière que les modules dynamiques, peuvent être représentatifs sur les mortiers réalisés avec le sable normalisé et les sables de MIDND.

Le module élastique sécant d'un matériau est déterminé sur la courbe contrainte-déformation, en mesurant la pente tangente de la droite passant par l'origine et le point de coordonnée  $\varepsilon_c$  et  $0.6 \times f_c$  [74].

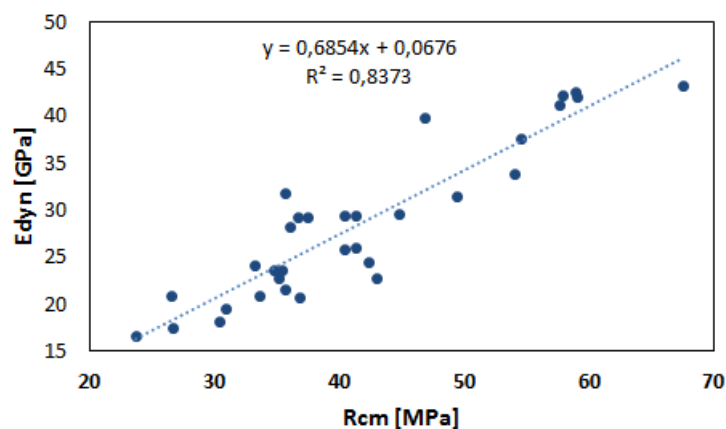


FIGURE 4.22 – Corrélation entre module dynamique et résistance à la compression des mortiers MAC-A

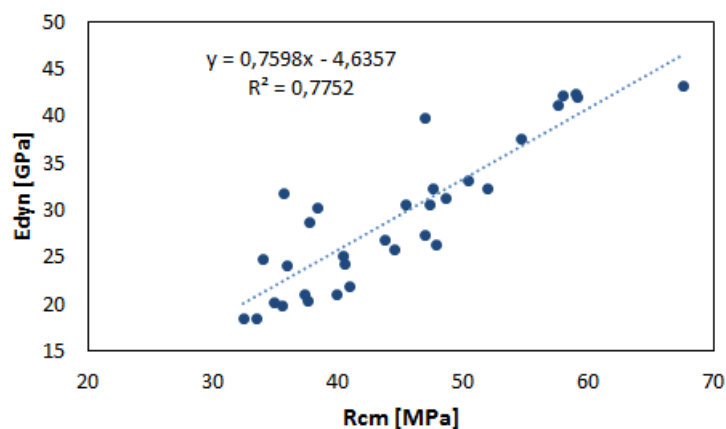


FIGURE 4.23 – Corrélation entre module dynamique et résistance à la compression des mortiers MAC-S

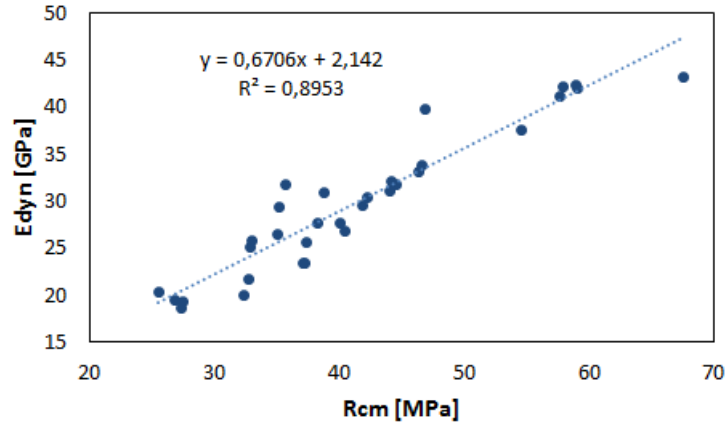


FIGURE 4.24 – Corrélation entre module dynamique et résistance à la compression des mortiers MAC-H

Nous observons que les régressions numériques testées sur les valeurs expérimentales qui se justifient sur le plan physique et qui offrent un meilleur coefficient de régression sont les régressions linéaires dans les trois catégories de mâchefers d'incinération.

Les valeurs expérimentales obtenues sur les mortiers de référence (sable normalisé) ont été comparées dans un premier temps, aux modèles du module d'élasticité sécant en fonction de la résistance caractéristique selon les approches de l'Eurocode 2 et du BAEL 91 [74].

$$E_{cm} = 22000 \times ((f_{ck} + 8) \div (10))^{0.3} \quad (\text{Eurocode}) \quad (4.3)$$

$$E_{cm} = 11000 \times (f_{ck})^{1/3} \quad (\text{BAEL}) \quad (4.4)$$

$E_{cm}$ ,  $f_{ck}$  sont exprimés en MPa

La figure 4.25 présente la corrélation entre les modèles théoriques (Eurocode et BAEL) testés et les valeurs expérimentales obtenues des mortiers confectionnés avec le sable normalisé et les sables de mâchefers.

En comparant les deux modèles théoriques du module sécant selon l'Eurocode 2 et le BAEL 91 sur les valeurs expérimentales des mortiers de référence, nous observons que le modèle du BAEL 91 donne une prédiction parfaitement correcte du module en fonction de la résistance aux différentes échéances de cure. Il en est de même que le modèle de l'Eurocode 2 bien que les valeurs obtenues soient légèrement inférieures à celles du modèle BAEL. Ainsi, au regard de ces conclusions, nous avons dans un second temps comparé les deux modèles théoriques aux valeurs expérimentales obtenues sur les mortiers confectionnés avec les sables de mâchefers d'incinération.

Il ressort que les deux modèles ne donnent pas une prédiction correcte du module en fonction de la résistance obtenue pour les mortiers à base de mâchefers d'incinération. On est à même de conclure que ces modèles théoriques surestiment les valeurs du module en fonction de la résistance obtenue sur les mortiers à base de mâchefers comparativement à ceux des mortiers de référence (sable normalisé).

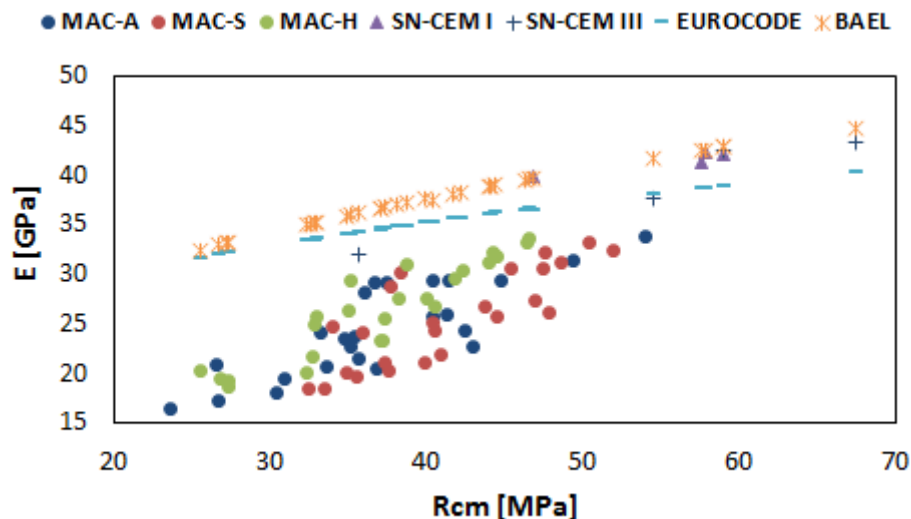


FIGURE 4.25 – Corrélation entre les modèles théoriques et les valeurs expérimentales

#### 4.4.2 Caractérisation du réseau poreux des mortiers

Dans le cadre de cette étude, la caractérisation du milieu poreux sur tous les mortiers confectionnés aux différentes périodes de cure s'est réalisée à travers les essais de porosité par intrusion de mercure. L'essai a consisté de façon générale à faire pénétrer le mercure dans un matériau poreux par application d'une pression. Les pressions appliquées pour l'équipement utilisé permettent d'accéder à des pores à travers des seuils de dimensions compris entre  $400 \mu\text{m}$  et  $6 \text{nm}$ .

##### 4.4.2.1 Préparation de l'échantillon

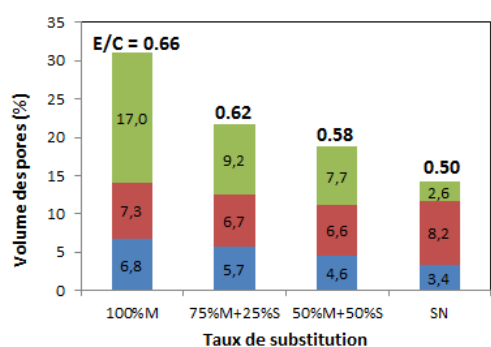
Les échantillons utilisés pour la réalisation de l'essai au porosimètre à mercure ont été prélevés au cœur de l'éprouvette  $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}$  aux différentes périodes de cure indiquées (7 j, 28 j, 90 j et 180 j). Aussitôt prélevés, les échantillons ont été séchés dans l'étuve à une température comprise entre  $40^\circ \text{C}$  et  $60^\circ \text{C}$ .

##### 4.4.2.2 Résultats de la porosité des mortiers

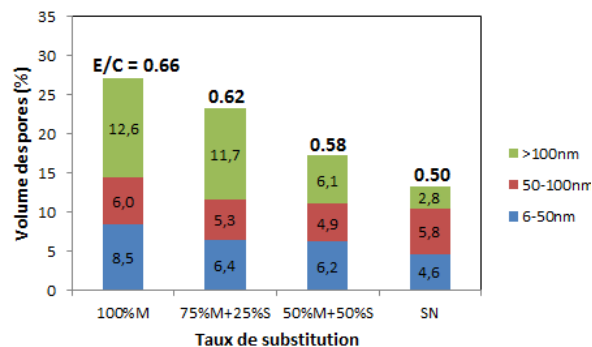
Les résultats des essais au porosimètre à mercure sont présentés, pour chaque MIDND étudié en fonction du temps de cure. Nous avons fait le choix de séparer la porosité totale des éprouvettes en trois fractions à savoir la fraction  $> 100 \text{ nm}$ , la fraction  $50\text{-}100 \text{ nm}$  et la fraction  $6\text{-}50 \text{ nm}$ . La fraction supérieure à  $100 \text{ nm}$  qui correspond à la porosité la plus grossière est liée à l'effet du rapport E/C dans la formulation tandis que les fractions  $50\text{-}100 \text{ nm}$  et  $6\text{-}50 \text{ nm}$  beaucoup plus fines sont associées à la porosité intrinsèque des C-S-H. Cette séparation de la porosité déclinée en plusieurs plages d'intervalle, va permettre de mettre en évidence l'effet du rapport E/C sur la résistance à la compression mono axiale.

Les figures 4.26, 4.27, 4.28 et 4.29 présentent les résultats obtenus de la porosité des mortiers MAC-A à 7 j, 28 j, 90 j et 180 j de cure. Les résultats des mortiers de référence réalisés avec les

ciments CEM I et CEM III sont également présentés dans les mêmes graphiques aux différentes périodes de cure. Par ailleurs, les résultats obtenus de porosité sur les mortiers MAC-S et MAC-H, aux différentes périodes de cure sont présentés en annexe (Cf. § Annexe G, page 216).

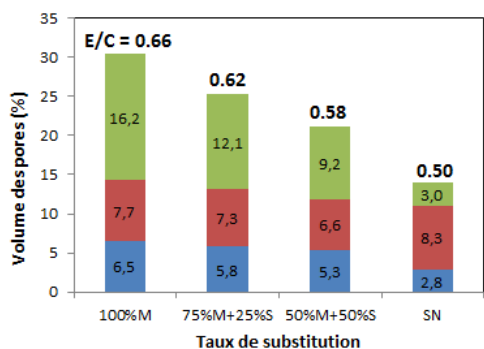


a) CEM I

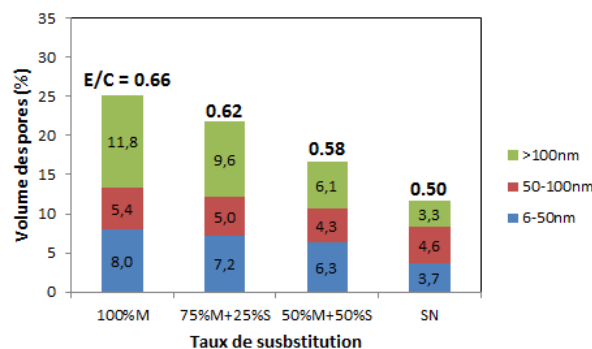


b) CEM III

FIGURE 4.26 – Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 7 jours de cure

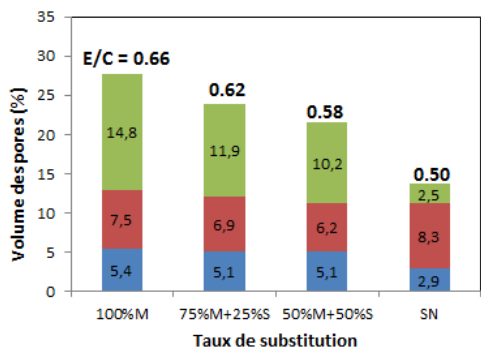


a) CEM I

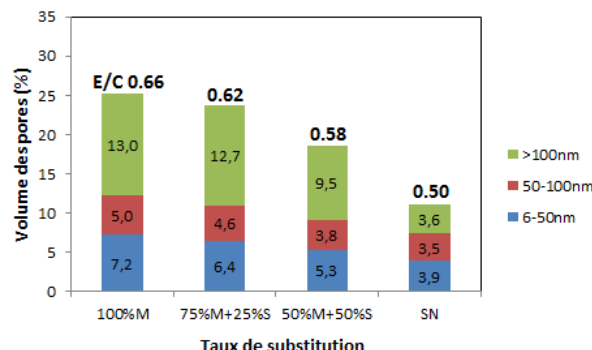


b) CEM III

FIGURE 4.27 – Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 28 jours de cure



a) CEM I



b) CEM III

FIGURE 4.28 – Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 90 jours de cure

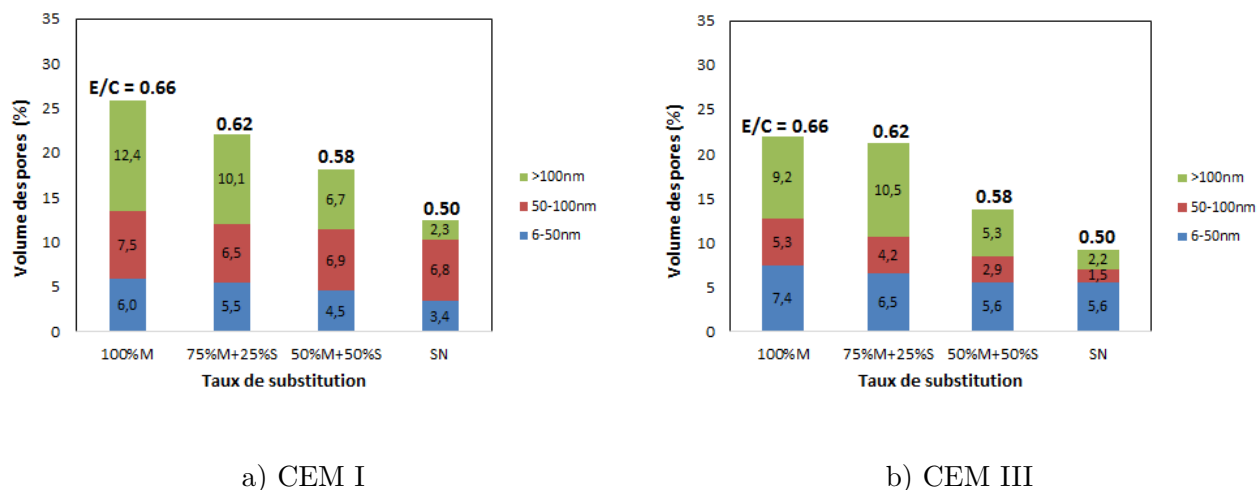


FIGURE 4.29 – Mesures de la porosité pour les mortiers MAC-A à 180 jours de cure

A travers l'analyse de ces graphiques, les observations et commentaires peuvent se résumer en ces différents points :

- i) D'une manière générale, nous observons que la porosité grossière ( $> 100$  nm) est croissante avec l'augmentation du rapport E/C. Par ailleurs, nous remarquons que le rapport E/C n'a quasiment pas d'effet sur la porosité liée aux C-S-H.
- ii) La porosité grossière ( $> 100$  nm) diminue en fonction du temps de cure. Cependant, le constat n'est pas le même sur toutes les formulations. C'est le cas par exemple de la formulation de mortier MAC-A (100%M CEM III) à 90 jours de cure, où la fraction ( $> 100$  nm) est supérieure à celle de 28 jours de cure. Nous avons constaté que dans la plupart des cas où l'on a observé ce phénomène, cela s'est accompagné par une chute de résistance à la compression mono axiale par rapport à celle de la période de cure précédente. Ainsi, il existerait donc une corrélation entre la porosité grossière et la résistance mécanique (Fig. 4.31, Fig. 4.32 et Fig. 4.33).
- iii) D'une manière générale, nous observons que la porosité totale, notamment les porosités grossières ( $> 100$  nm) des mortiers réalisés avec le CEM III sont inférieures à celles réalisés avec le CEM I. Cette différence s'explique par l'hypothèse que le CEM III contient beaucoup plus de particules fines que le CEM I ( $d_{50}$ ), qui ont comblées une partie de la porosité de l'ensemble. C'est l'une des raisons pour laquelle les résistances mécaniques obtenues pour les mortiers réalisés avec le CEM III ont des valeurs nettement supérieures à celles des mortiers réalisés avec le CEM I. La figure 4.30 illustre parfaitement la taille des particules des deux ciments à travers les courbes granulométriques réalisées par la granulométrie laser.

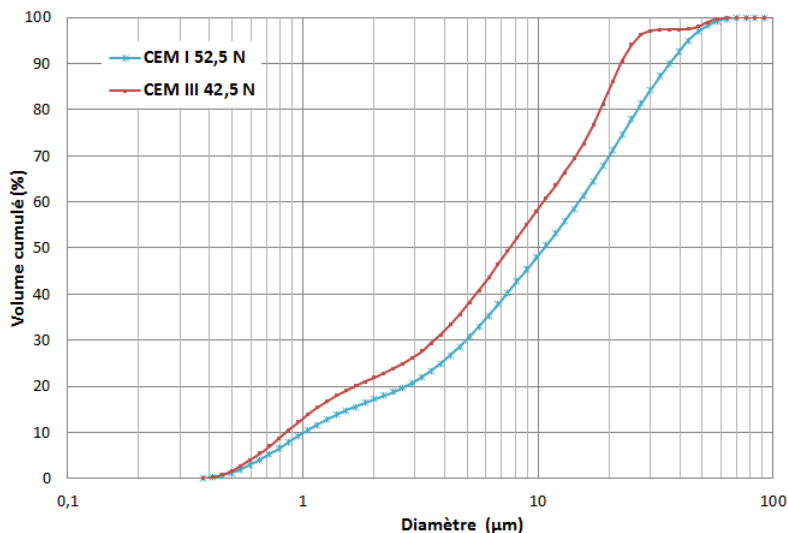
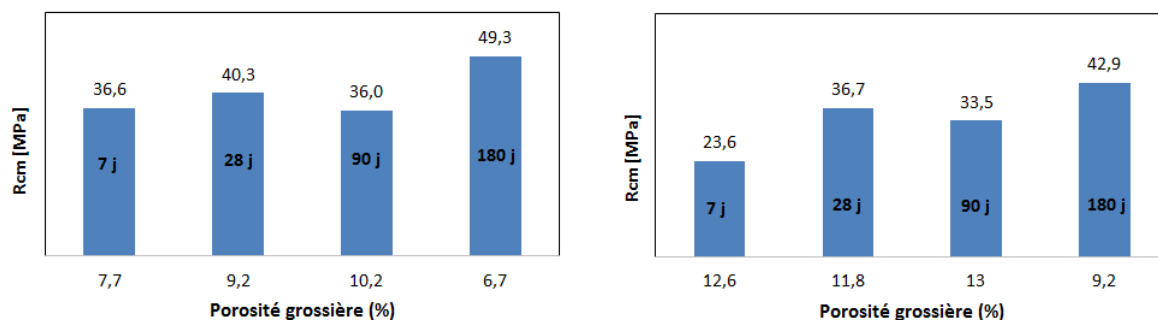


FIGURE 4.30 – Courbes granulométriques des ciments CEM I et CEM III

iv) Nous constatons que la proportion de la porosité très fine 6-50 nm du mortier normalisé à base de CEM III est supérieure à celle du CEM I. Ce constat révèle qu'il y a beaucoup plus de C-S-H formés dans les mortiers contenant le CEM III comparativement à celui du CEM I. Le même constat a été observé pour les formulations de mortiers. Cette forte présence des C-S-H dans les mortiers normalisés réalisés à base du CEM III est sans doute aussi une des raisons pour lesquelles les résistances mécaniques des mortiers contenant le ciment de type CEM III sont supérieures à celles des mortiers contenant le ciment de type CEM I.

Les figures 4.31, 4.32, et 4.33 exposent la porosité grossière des éprouvettes monolithiques par rapport à la résistance à la compression mono axiale sur quelques formulations de mortiers à différentes périodes de cure.



a) 50%M+50%S CEM I

b) 100%M CEM III

FIGURE 4.31 – Résistance en fonction de la porosité pour les mortiers MAC-A

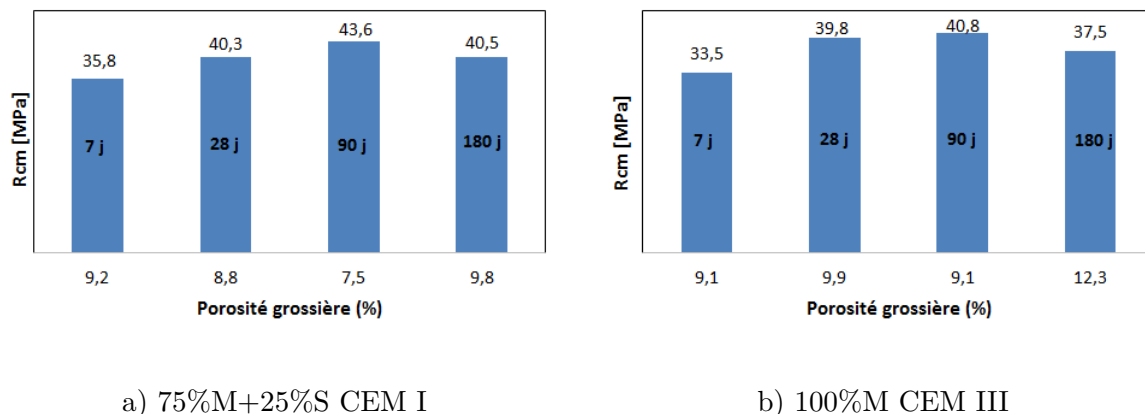


FIGURE 4.32 – Résistance en fonction de la porosité pour les mortiers MAC-S

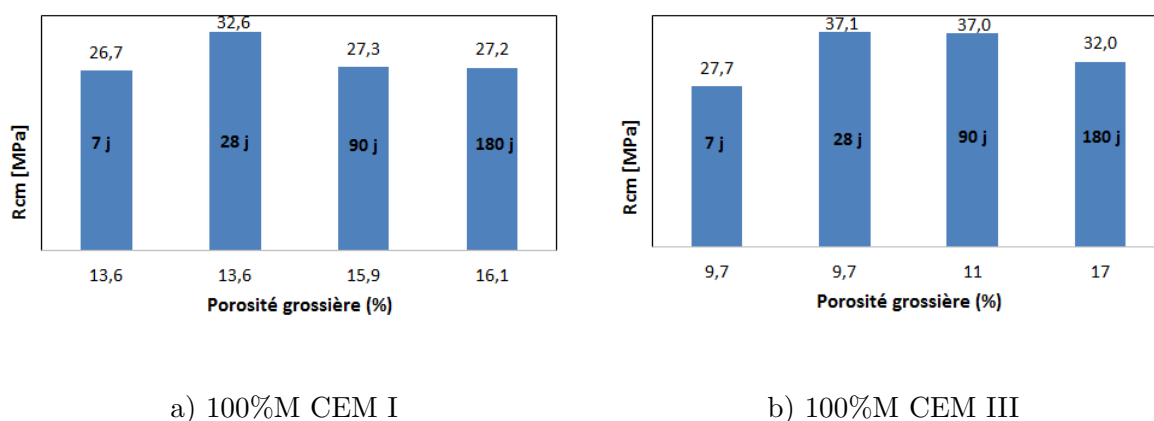


FIGURE 4.33 – Résistance en fonction de la porosité pour les mortiers MAC-H

#### 4.4.3 Caractérisation environnementale des mortiers

Une caractérisation environnementale a été réalisée sur les mortiers de référence et les mortiers de sables de mâchefers d'incinération à 180 jours de cure humide. Cette analyse environnementale avait pour objectif de déterminer les teneurs intrinsèques en éléments polluants (COT, BTEX, PCB, HAP, etc.) et les concentrations des composés lixiviables conformément à la réglementation française. Les résultats obtenus ont été comparés aux valeurs seuils à respecter pour recycler les mâchefers en techniques routière selon l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011 [4].

Nous avons opté de caractériser uniquement les mortiers confectionnés avec les sables de mâchefers en substitution volumique totale (100%). Le choix s'est orienté sur ces mortiers car ils représentent le cas le plus défavorable pour une potentielle contamination des matériaux dans l'environnement.

Le tableau 4.13 présente les différentes méthodes utilisées par le laboratoire sous-traitant pour la détermination des teneurs intrinsèques en éléments polluants et le comportement à la lixiviation.

n.d. : non déterminé.



Tableau 4.13 – Méthodes d’analyses pour la caractérisation environnementale des mortiers contenant les sables de MIDND et normalisé

Éléments polluants	Méthodes d’analyses
COT	NF EN 13137
BTEX	NF ISO 22155
PCB	NF EN 15308
HAP	Méthode interne non détaillée
Hydrocarbures	NF EN 14039
Dioxines et furannes	Méthode interne non détaillée
Préparation à la lixiviation	NF EN 12457-2
Métaux lixiviables	NF EN ISO 17294-2

Les tableaux 4.14, 4.15, 4.16 et 4.17 présentent les concentrations des teneurs intrinsèques en éléments polluants et des métaux lixiviables respectivement pour les mortiers SN, MAC-A, MAC-S et MAC-H.

V1 et V2 représentent les usages routiers de type 1 et 2 pour le recyclage des mâchefers d’incinération en techniques routières conformément à la réglementation française.

Tableau 4.14 – Propriétés environnementales des mortiers SN

Provenance Eléments polluants	SN		Valeur seuil	
	CEM I	CEM III	V1	V2
COT	4	4.0		30 g/kg
BTEX	< 0.60	< 0.60		6 mg/kg
PCB	< 0.30	< 1.60		1 mg/kg
Hydrocarbures	< 25	< 25		500 mg/kg
HAP	< 1.60	< 1.60		50 mg/kg
Dioxines et furannes	0.0	0.0		10 ng I-TEQ <sub>OMS 2005</sub> /kg
Métaux lixiviables mg/kg	SN		Valeur seuil	
	CEM I	CEM III	V1	V2
As	< 0.01	< 0.01		0.6
Ba	32.84	25.45	56	28
Cd	< 0.005	< 0.005		0.05
Cr total	0.11	< 0.05	2	1
Cu	< 0.05	< 0.05		50
Hg	< 0.001	< 0.001		0.01
Mo	0.06	0.07	5.6	2.8
Ni	< 0.05	< 0.05		0.5
Pb	0.16	0.12	1.6	1.0
Zn	< 0.5	< 0.5		50
F	1.7	1.8	60	30
Cl <sup>-</sup>	91	88	10 000	5 000
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	67	19.0	10 000	5 000

Tableau 4.15 – Propriétés environnementales des mortiers MAC-A

Provenance Eléments polluants	MAC-A		Valeur seuil	
	CEM I	CEM III	V1	V2
COT	15	12		30 g/kg
BTEX	< 0.60	< 0.60		6 mg/kg
PCB	< 0.30	< 0.30		1 mg/kg
Hydrocarbures	< 25	< 25		500 mg/kg
HAP	< 1.6	< 1.6		50 mg/kg
Dioxines et furannes	1.8	1.7		10 ng I-TEQ <sub>OMS 2005</sub> /kg
Métaux lixiviables mg/kg	MAC-A		Valeur seuil	
	CEM I	CEM III	V1	V2
As	< 0.01	< 0.01		0.6
Ba	39.50	10.71	56	28
Cd	< 0.005	< 0.005		0.05
Cr total	0.06	< 0.05	2	1
Cu	0.67	0.81		50
Hg	< 0.001	< 0.001		0.01
Mo	0.11	0.28	5.6	2.8
Ni	0.06	0.07		0.5
Pb	1.25	0.79	1.6	1.0
Zn	0.80	0.81		50
F	1.2	1.5	60	30
Cl <sup>-</sup>	917	873	10 000	5 000
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	16	43	10 000	5 000

Tableau 4.16 – Propriétés environnementales des mortiers MAC-S

Provenance Eléments polluants	MAC-S		Valeur seuil	
	CEM I	CEM III	V1	V2
COT	15	15		30 g/kg
BTEX	< 0.6	< 0.6		6 mg/kg
PCB	0.30	< 0.30		1 mg/kg
Hydrocarbures	26	33		500 mg/kg
HAP	< 1.6	< 1.6		50 mg/kg
Dioxines et furannes	4.7	8.4	10 ng I-TEQ <sub>OMS 2005</sub> /kg	
Métaux lixiviables mg/kg	MAC-S		Valeur seuil	
	CEM I	CEM III	V1	V2
As	< 0.01	< 0.01		0.6
Ba	30.22	5.70	56	28
Cd	< 0.005	< 0.005		0.05
Cr total	0.07	0.05	2	1
Cu	0.77	0.95		50
Hg	< 0.001	< 0.001		0.01
Mo	0.13	0.39	5.6	2.8
Ni	0.06	0.08		0.5
Pb	0.65	0.56	1.6	1.0
Zn	0.70	0.58		50
F	1.4	1.8	60	30
Cl <sup>-</sup>	980	1188	10 000	5 000
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	18	84	10 000	5 000

Tableau 4.17 – Propriétés environnementales des mortiers MAC-H

Provenance	MAC-H		Valeur seuil		
	Eléments polluants	CEM I	CEM III	V1	V2
	COT	13	12		30 g/kg
	BTEX	< 0.60	< 0.60		6 mg/kg
	PCB	< 0.30	< 0.30		1 mg/kg
	Hydrocarbures	< 25	n.d.		500 mg/kg
	HAP	< 1.6	< 1.7		50 mg/kg
	Dioxines et furannes	1.4	n.d.		10 ng I-TEQ <sub>OMS 2005</sub> /kg
Métaux lixiviables	MAC-H		Valeur seuil		
	mg/kg	CEM I	CEM III	V1	V2
	As	< 0.026	< 0.022		0.6
	Ba	50.89	12.69	56	28
	Cd	< 0.013	< 0.011		0.05
	Cr total	0.18	< 0.005	2	1
	Cu	0.96	0.99		50
	Hg	< 0.0026	< 0.0022		0.01
	Mo	0.31	0.90	5.6	2.8
	Ni	< 0.13	< 0.11		0.5
	Pb	1.84	0.28	1.6	1.0
	Zn	4.43	< 1.08		50
	F	4.7	4.7	60	30
	Cl <sup>-</sup>	1380.5	1533	10 000	5 000
	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	69.9	144.1	10 000	5 000

Au regard des valeurs présentées dans les tableaux 4.14, 4.15, 4.16 et 4.17, nous observons que les teneurs intrinsèques des éléments polluants contenues dans les mortiers de référence et de mâchefers sont largement en dessous des valeurs limites recommandées par la norme française en vigueur pour le recyclage des mâchefers en techniques routières.

Par ailleurs, nous observons dans le comportement à la lixiviation que les concentrations de certains métaux comme le baryum sont supérieures à la valeur seuil pour les usages de type V2 pour tous les mortiers confectionnés avec le ciment CEM I. Le même constat est aussi fait sur le

plomb respectivement pour les mortiers MAC-A et MAC-H à base de CEM I. Par conséquent, seuls les mortiers confectionnés avec le ciment CEM III sont valorisables conformément à l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011 [30] car les concentrations en éléments polluants et métaux lixiviables sont inférieures aux valeurs seuils.

Cependant, au regard des résultats obtenus sur la lixiviation des granulats de sables de mâchefers de la fraction 0-2 mm (Cf. 3.15, page 108) où les concentrations des métaux en baryum et en plomb étaient largement inférieures aux valeurs limites des classes "V1" et "V2", on s'interrogerait sur les raisons pour lesquelles ces valeurs sont nettement élevées à la valeur admissible de la catégorie "V2" sur les monolithes broyés de MIDND. Surtout, dans le cas du mortier de référence (CEM I) où la concentration en baryum est également supérieure à la valeur admissible pour la catégorie "V2". La forte teneur de l'élément baryum dans le mortier de référence proviendrait du ciment CEM I 52.5 N utilisé car le constat n'est pas le même (teneur en baryum) dans les mortiers de référence confectionnés avec le ciment CEM III 42.5 N.

#### 4.4.4 Évolution du retrait et du gonflement sur les mortiers

Les essais de retrait et de gonflement ont été réalisés conformément à la norme NF P15-433 [114] dans le but de mesurer en fonction du temps, la variation de la longueur des éprouvettes prismatiques de mortiers conservées après démoulage. Les valeurs obtenues ont été comparées à celles des mortiers de référence confectionnés avec le sable normalisé .

Les mortiers à base de sable normalisé (référentiel) ont été confectionnés conformément à la norme EN 196-1 [97].

Les mortiers à base de mâchefers traités ont été confectionnés en suivant le protocole expérimental décrit dans le paragraphe Cf. § 4.3.1.2.1, page 118. Le choix s'est porté uniquement sur les mortiers réalisés avec 100% de mâchefers d'incinération afin d'évaluer ces phénomènes de retrait et gonflement dans le cas le plus défavorable.

Après le malaxage, le mortier frais est introduit dans des moules prismatiques ( $4 \times 4 \times 16$  cm) en acier équipés de plots de retrait. Le moule est rempli en deux couches égales. Après chaque remplissage, le moule est disposé sur une table à chocs permettant d'appliquer 60 chocs pour une meilleure répartition des particules.

Les éprouvettes pour les essais de retrait ont été disposées dans une enceinte climatique à  $20^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  et une humidité relative à  $50\% \pm 5\%$ . Tandis que pour les essais de gonflement, les éprouvettes ont été disposées dans des bassins d'eau recouverts à l'intérieur d'une salle dont la température était maintenue à  $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ .



FIGURE 4.34 – Appareillage pour la mesure du retrait et gonflement

Les mesures ont été effectuées sur un appareil de mesure linéaire à lecture digitale de HELDENHAIN (Fig 4.34). Les valeurs obtenues sont les moyennes sur trois éprouvettes issues du même moule.

Les valeurs mesurées de retrait sur les différents échantillons sont représentées dans les figures 4.35, 4.36 et 4.37 pour les mortiers MAC-A, MAC-S, MAC-H et SN.

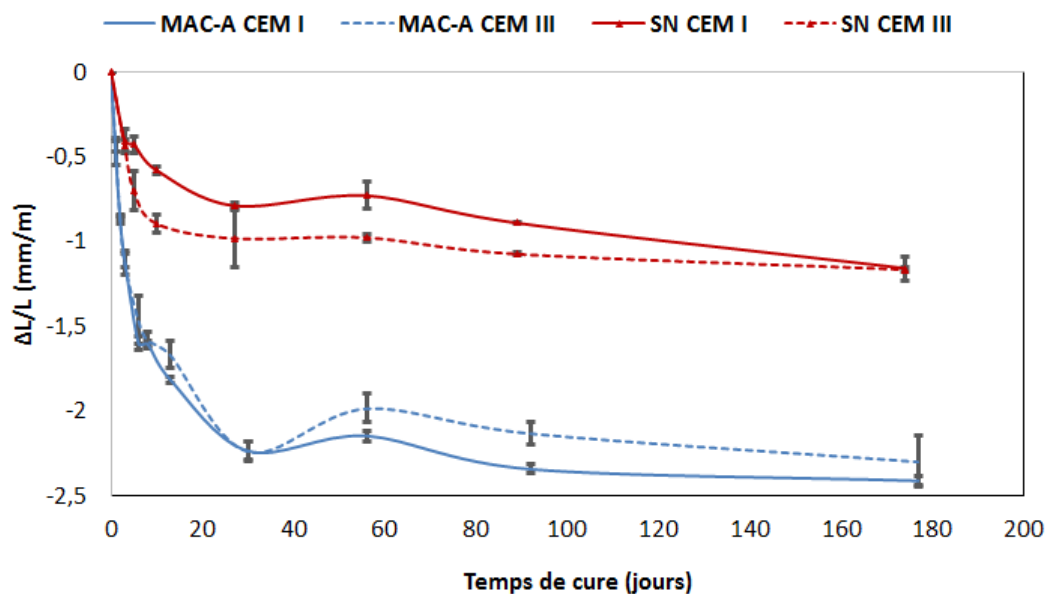


FIGURE 4.35 – Retraits mesurés sur les mortiers MAC-A et sable normalisé

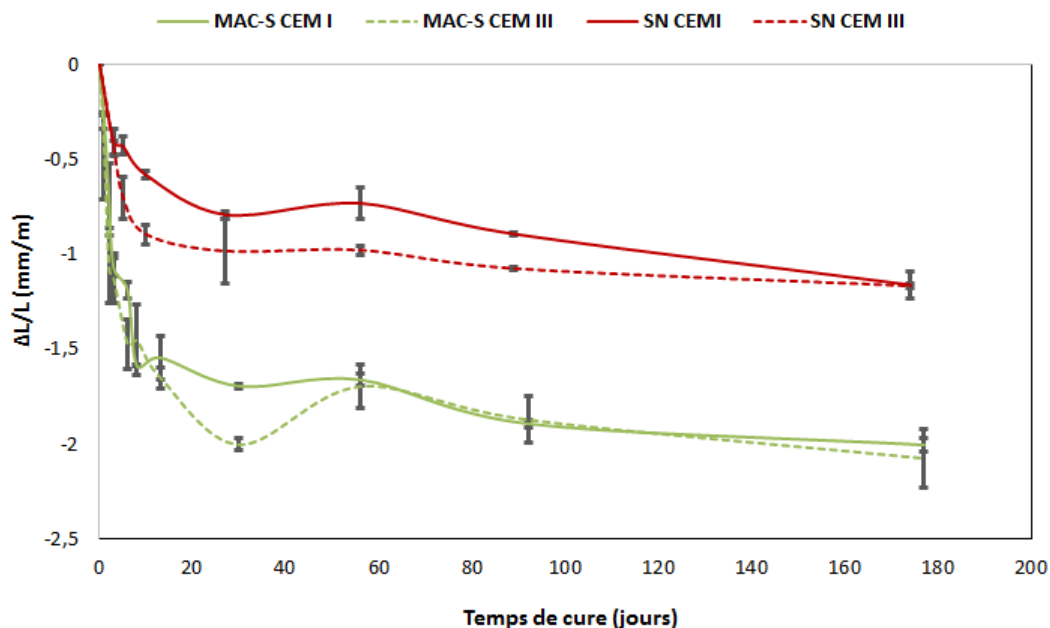


FIGURE 4.36 – Retraits mesurés sur les mortiers MAC-S et sable normalisé

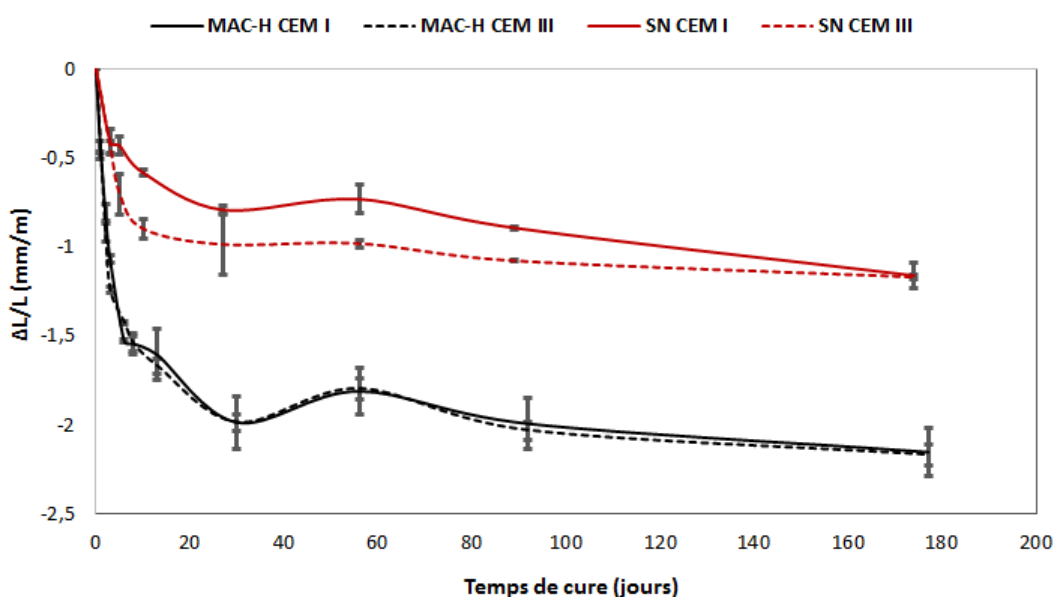


FIGURE 4.37 – Retraits mesurés sur les mortiers MAC-H et sable normalisé

A l'analyse de ces figures 4.35, 4.36 et 4.37, on peut observer que l'évolution des courbes de retrait pour les éprouvettes de mortiers à base de mâchefers d'incinération, indépendamment de la provenance, est très rapide les premiers jours de conservation jusqu'à se stabiliser après 30 jours de cure. Les valeurs maximales de retrait mesurées à 28 jours de cure sont de l'ordre de 2.2 mm/m pour les mortiers MAC-A et 2 mm/m pour les mortiers MAC-S et MAC-H. Cette légère différence entre les mortiers MAC-A et MAC-S, MAC-H est sans doute due à la teneur des particules fines présentes ( $<0.063$  mm) dans les mâchefers d'incinération. Les teneurs en éléments fins sont de l'ordre de 6.20%, 4.30% et 3.80% respectivement pour les mâchefers MAC-A, MAC-S



et MAC-H. la présence des grosses particules limitent les effets de retrait comparativement aux particules fines qui l'accroissent. Néanmoins, les valeurs obtenues sur les mortiers de mâchefers sont quasiment le double de celles obtenues sur les mortiers de référence avec le sable normalisé.

Les valeurs mesurées de retrait, sur les mortiers à base du sable normalisé à 28 jours de cure sont dans les intervalles de 0.8 mm/m et à 1 mm/m respectivement pour les ciment CEM I et CEM III. La mesure du retrait pour le CEM I se retrouve dans l'intervalle des valeurs retrouvées dans la littérature, bien que les classes de ciment soient différentes par rapport au ciment utilisé dans l'étude ( $\xi \leq 0.8$  mm/m pour un CEM I et CEM II de classe 32.5 N et  $\xi \leq 1$  mm/m pour un CEM I et CEM II 32.5 R, 42.5 N, 42.5 R [74]). Les valeurs de référence de retrait pour le ciment de type CEM III n'ont pas été trouvées dans la littérature.

L'absence d'éléments fins dans le sable normalisé est la raison pour laquelle le retrait mesuré sur les mortiers normalisés est resté inférieur aux valeurs des mortiers de mâchefers d'incinération. De plus, on peut également attribuer ces valeurs de retrait élevées aux teneurs en eau beaucoup plus importantes dans le cadre de la formulation des mortiers contenant les sables de mâchefers améliorés comparativement aux mortiers normalisés de référence.

L'observation faite sur ces graphiques permet de dégager une différence peu significative sur le retrait entre le ciment de type CEM I et CEM III. On constate néanmoins que, dans le cas des mortiers de référence, les valeurs de retrait avec le ciment de type CEM III sont légèrement supérieures à celles réalisés avec le ciment CEM I.

Les valeurs mesurées de gonflement sur les différents échantillons sont représentées dans les figures 4.38, 4.39 et 4.40 pour les mortiers MAC-A, MAC-S, MAC-H et SN.

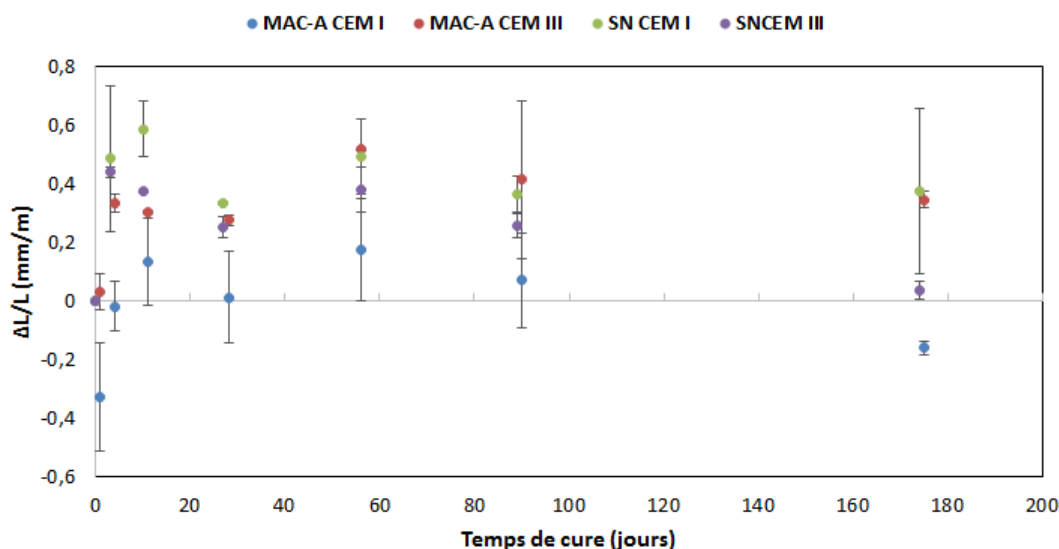


FIGURE 4.38 – Gonflements mesurés sur les mortiers MAC-A et sable normalisé

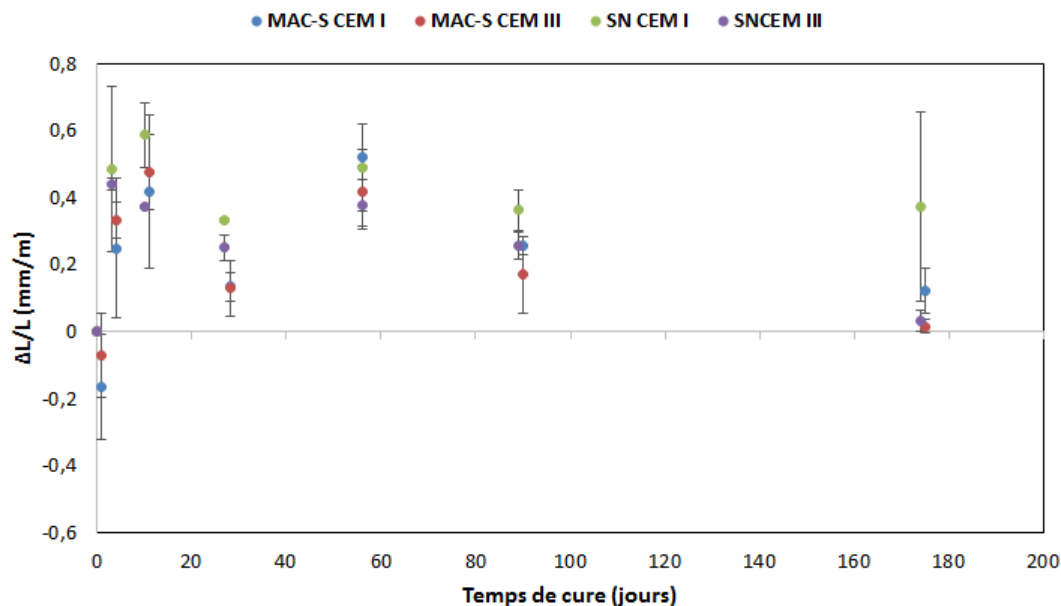


FIGURE 4.39 – Gonflements mesurés sur les mortiers MAC-S et sable normalisé

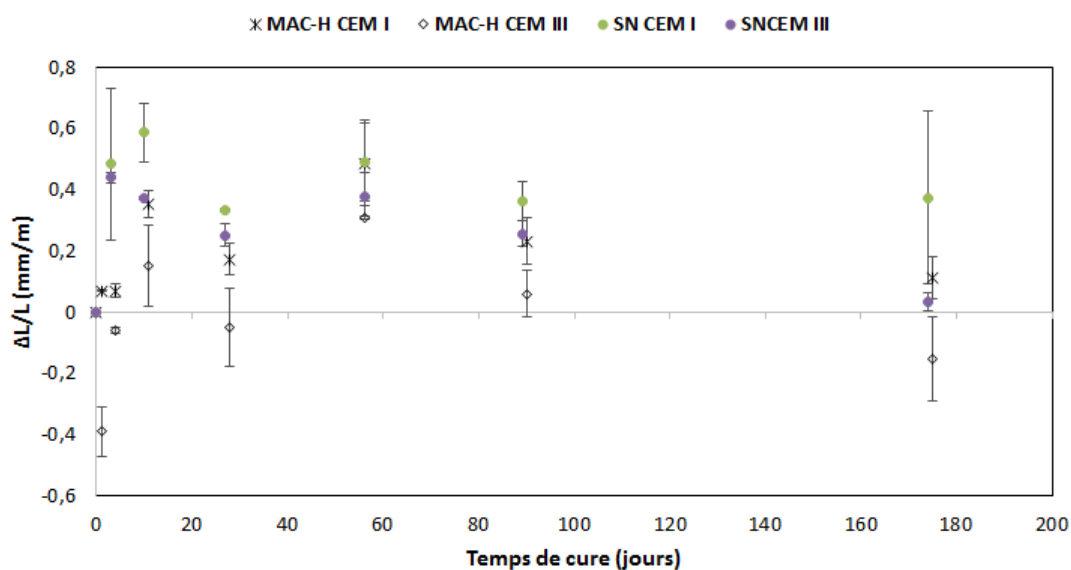


FIGURE 4.40 – Gonflements mesurés sur les mortiers MAC-H et sable normalisé

D'une manière générale, pour un essai standard de gonflement sur les mortiers de ciment, la courbe de l'évolution attendue du gonflement des éprouvettes en fonction du temps de cure n'a pas été observée tant sur les mortiers de référence que sur ceux des mortiers contenant les sables de mâchefers d'incinération. Malgré l'immersion totale des éprouvettes dans des bassins d'eau recouverts, des phénomènes de retrait et gonflement sont observés durant toute la période expérimentale (environ 180 jours), indépendamment de la provenance des mâchefers d'incinération. De plus, nous observons aussi une dispersion importante des mesures sur une moyenne de trois éprouvettes pourtant, issus de la même gâchée. A ce jour, aucune explication scientifique n'a pu être apportée pour essayer de justifier l'allure des courbes obtenues et aussi sur la dispersion

de mesures sur les trois éprouvettes. Cependant, quelques hypothèses peuvent tenter d'apporter des éléments de réponses à ces différentes interrogations.

- i) Étant donné que la conservation des éprouvettes dans les bassins d'eau s'est faite de manière aléatoire (la non prise en compte de leur provenance et du type de ciment), il se peut qu'il y ait eu des interactions chimiques entre les échantillons, les bains d'eau et l'air durant toute la période expérimentale. Nous avons effectué des mesures de température, de pH et de conductivité des bains d'eau où étaient conservées les éprouvettes (environ 175 jours de cure), pour vérifier l'évolution de ces paramètres dans le temps. Le tableau 4.18 présente les valeurs de pH et de conductivité des bains d'eau analysés. La comparaison des résultats obtenus a été faite avec les paramètres d'un bain d'eau de référence (ne contenant pas d'éprouvettes) et celui prélevé après 175 jours de cure. Les bains d'eau 1, 2 et 3 sont des bains où les éprouvettes des mortiers de MIDND et de référence ont été conservées.

Tableau 4.18 – Mesures de pH et conductivités sur les bains d'eau analysés

Paramètres	Température ( ° C)	pH	Conductivité ionique (mS/cm)
Bains de référence	23	6.78	0.953
Bain 1	22.5	9.50	3.63
Bain 2	23	9.34	1.73
Bain 3	22.5	8.74	1.13

Le tableau 4.18 montre bien une évolution des valeurs de pH et de conductivité ionique entre le bain de référence et ceux prélevés à 175 jours de cure. Cette évolution d'un état neutre vers un état basique pourrait sans doute apporter une explication sur les résultats obtenus. Cependant, une analyse des bains d'eau de ces paramètres (pH et conductivité ionique) au tout début de l'essai et à chaque échéance aurait pu permettre de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse.

- ii) Nous avons également observé que le temps qui s'écoule entre la sortie des éprouvettes des bassins d'eau et la mesure proprement dite avait son importance dans le résultat final. Sortis des bassins de stockage, les échantillons étaient transportés dans une salle d'expérimentation climatisée dont nous ne maîtrisons pas la température et l'humidité relative. Malgré le respect strict des recommandations de la norme NF P15-433 [114], les conditions ambiantes de la salle d'expérimentation ont une importance non négligeable dans les mesures.

Par ailleurs, nous suggérons pour les prochains développements de réaliser ces essais dans des conditions ambiantes mieux maîtrisées et de mesurer aussi les paramètres de conductivité ionique et de pH des bains d'eau où sont conservés les échantillons à différentes échéances de cure.

## 4.5 Conclusions

Ce chapitre avait pour objectif de caractériser le comportement des mortiers de sables de MIDND de fraction 0-2 mm. Plusieurs formulations ont été réalisées à base des mâchefers traités à des taux de substitution de 50%, 75% et 100% en substitution volumique. Deux ciments ont été utilisés dans la formulation des mortiers : un CEM I de classe 52,5 N et un CEM III de classe 42,5 N. Le choix s'est orienté sur l'utilisation d'un adjuvant afin d'améliorer l'ouvrabilité de la pâte contenant les sable de MIDND. Les résultats obtenus montrent qu'en substituant le squelette granulaire du sable normalisé par les sables de mâchefers traités, les propriétés mécaniques diminuent en fonction du taux de substitution. Par ailleurs, les meilleures résistances sont obtenues sur les mortiers réalisés avec le ciment de type CEM III comparativement au CEM I.

Les meilleures résistances à 28 jours de cure ont été obtenues pour les mortiers MAC-S confectionnés avec le CEM III. Nous avons obtenu des résistances à la compression mono axiale qui représentent 90%, 82% et 73% de la valeur du mortier de référence pour les taux de substitution de 50%, 75% et 100% de sable normalisé par les sables de mâchefers améliorés. Ces résultats sont supérieurs aux valeurs retrouvées dans la littérature dans le cas des sables de MIDND traités de fraction 0-2 mm.

Nous avons pu établir une corrélation entre les résistances à la compression et les modules dynamiques sur les mortiers confectionnés. Deux modèles théoriques (Eurocode et BAEL) corrélant le module élastique sécant en fonction de la résistance à la compression ont été utilisés pour vérifier si dans un premier temps, ces modèles pouvaient prédire correctement les valeurs de modules connaissant les résistances mono axiale bien que la méthode de calcul de module dynamique et du module élastique sécant soit différente. Il ressort que les deux modèles ne donnent pas une prédiction correcte du module en fonction de la résistance pour les mortiers réalisés à base de sables de mâchefers d'incinération comparativement à ceux des mortiers normalisés (mortiers de référence).

Les mesures de retrait et gonflement ont été effectuées sur les mortiers à base de mâchefers d'incinération à différentes périodes de cure. Les mesures de retrait des mortiers à base de mâchefers (MAC-A, MAC-S et MAC-H) sont supérieures à celles du mortier de référence (SN) tandis que les courbes obtenues sur les essais de gonflement des éprouvettes n'ont pas permis d'apporter une analyse sur les résultats.



## Caractérisation de la microstructure des mortiers à base de mâchefers améliorés

Ce chapitre traite de la caractérisation de la microstructure de la pâte de ciment des mortiers réalisés avec des sables de mâchefers améliorés. L'objectif est de déterminer les propriétés mécaniques de la pâte de ciment par une nouvelle technique d'indentation instrumentée sous microscope électronique à balayage (MEB) afin de mieux comprendre l'impact des mâchefers d'incinération dans la matrice cimentaire à l'échelle microscopique. Ces analyses ont été réalisées sur les éprouvettes de mortiers normalisés et les mortiers de type MAC-A et MAC-S en substitution totale du sable normalisé, à 180 jours de cure humide.

## 5.1 Introduction

Une analyse qualitative et quantitative de la microstructure de la pâte cimentaire est réalisée en utilisant la technique d'analyse d'images appliquée au MEB dans l'optique de déterminer les constituants chimiques qui composent la pâte de ciment des différents mortiers analysés. Ensuite, des essais d'indentation instrumentée sous MEB vont permettre de déterminer la dureté et le module élastique sur la pâte de ciment des éprouvettes confectionnées.

Dans un premier temps, nous allons présenter un état de l'art sommaire sur les techniques d'indentation instrumentée et leurs applications dans la matrice cimentaire. Ensuite, nous allons décrire les matériaux utilisés et le mode opératoire pour la réalisation de ces essais. Dans un second temps, nous allons exposer les propriétés mécaniques de la pâte de ciment obtenues sur les différents mortiers réalisés à base de mâchefers d'incinération et de sable normalisé.

## 5.2 État de l'art sur les techniques d'indentation instrumentée

### 5.2.1 Généralités

L'indentation est une technique qui permet de caractériser les propriétés mécaniques comme le module élastique et la dureté dans une zone préalablement identifiée de la matrice cimentaire à l'échelle macroscopique, à l'échelle microscopique ou à l'échelle nanométrique. Cette technique permet d'obtenir des données sur la microstructure des matériaux cimentaires afin de comprendre et d'améliorer les performances mécaniques de ces matériaux à l'échelle macroscopique [115]. L'indentation instrumentée permet également d'étudier le comportement au fluage [116, 117], d'étudier le comportement en fatigue des matériaux par charge cyclique [118] et d'analyser les propriétés mécaniques des matériaux multicouches et des surfaces traitées [119, 120].

Durant cette dernière décennie, l'indentation a permis de déterminer les propriétés mécaniques des pâtes de ciment pour différents rapports E/C [121, 122, 123, 124]. De plus, cette technique a également été utilisée dans la caractérisation des propriétés mécaniques :

- i) des pâtes de ciment mélangées à des additions minérales comme la fumée de silice, et des cendres volantes [123, 125, 126];
- ii) des matériaux cimentaires activés par des alcalis comme les cendres volantes ([125];
- iii) de l'ITZ (interface transition zone) dans les granulats et les matériaux composites [127, 128].

### 5.2.2 Détermination des propriétés mécaniques par indentation

#### 5.2.2.1 Préparation des échantillons

Avant la réalisation des essais par indentation instrumentée, la préparation des échantillons reste l'étape la plus importante et la plus délicate dans le but d'obtenir des valeurs fiables et reproductibles. Par exemple, des études antérieures réalisées sur les propriétés mécaniques du clinker sur des sections polies ont révélé que les valeurs de modules élastiques se trouvaient dans les intervalles compris entre 60 GPa et 300 GPa. Cette dispersion des valeurs était due aux fissures, qui se sont formées lors de la phase de préparation des échantillons [121, 129].

Les étapes de préparation des échantillons destinés à la réalisation des essais d'indentation se

résumé comme suit. Dans un premier temps, le spécimen est prélevé au cœur de l'éprouvette, approximativement de 1 cm d'épaisseur. Ensuite, il est introduit dans un porte-échantillon avec de la résine époxy avant toute opération de polissage.

Le polissage permet de rendre la surface aussi plane et lisse que possible. Il va s'effectuer en deux étapes : un polissage grossier et un polissage fin. Le polissage grossier va s'effectuer à l'aide de papiers abrasifs de grade (180, 240, 400, 600, 800 et 1200), et chaque papier est utilisé pendant une à deux minutes. Quant au polissage fin, il est réalisé à l'aide de disque de polissage en feutre chargé de particules diamantées de tailles 9, 6, 3, 1  $\mu\text{m}$  sous une lubrification à l'éthanol.

### 5.2.2.2 Types d'indenteurs

L'essai d'indentation consiste à faire pénétrer une pointe très dure (diamant), appelée indenteur de sections géométriques et de propriétés mécaniques connues, dans un matériau [130]. L'enregistrement continu de la force appliquée et de la profondeur de pénétration va permettre de déterminer les propriétés mécaniques du matériau. Il existe plusieurs familles d'indenteurs : les indenteurs de types pyramidaux (Berkovich [115, 121, 122, 123, 131], Vickers, Knoop), les indenteurs sphériques, les indenteurs plats et les indenteurs coniques [130].

La charge à appliquer sur le matériau est primordial dans le souci de représenter réellement le comportement du matériau. Si la charge est trop faible, l'empreinte est trop petite et les effets de surface (rugosité, polissage, planéité, etc.) deviennent prépondérants. Par ailleurs, si la charge est trop grande, on passe en macroindentation pour avoir un comportement global du matériau, donc un comportement homogène. A l'échelle microindentation, l'hétérogénéité aura son importance tandis qu'à l'échelle nanoindentation, on va accéder à une analyse très locale (phase par phase).

La représentation géométrique d'un essai d'indentation est schématisée dans la figure 5.1.

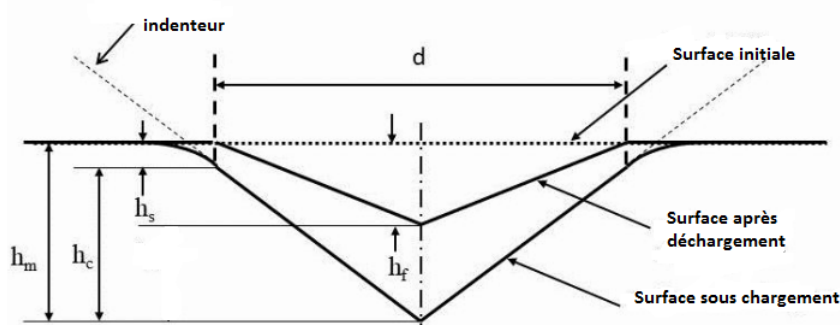


FIGURE 5.1 – Plan de coupe géométrique de l'empreinte de l'indenteur pendant les phases de chargement-déchargement [130]

où

$h_m$  : Profondeur maximale de pénétration

$h_c$  : Profondeur de contact

$h_s$  : Déflexion élastique

$h_f$  : Empreinte résiduelle après la phase de décharge.



### 5.2.2.3 Défaut de pointe

En effet, l'indenteur n'est jamais aussi parfaitement pointu. Il a une forme plutôt arrondie (figure 5.2). La détermination de l'aire de contact ou projetée est établie en considérant que la pointe de l'indenteur est parfaitement pointue. Par conséquent, une correction géométrique liée au défaut de pointe ( $h_b$ ) est nécessaire pour le calcul de l'aire de contact. Par exemple, Chicot et al. [132] ont montré que le défaut de pointe est un paramètre qui peut affecter les mesures des propriétés mécaniques d'un matériau.

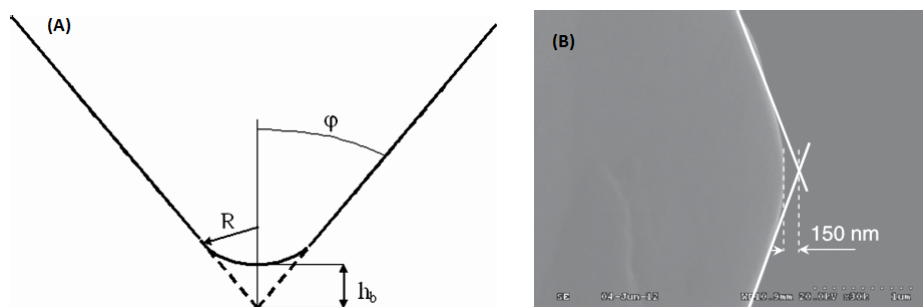


FIGURE 5.2 – (A) Schéma d'une pointe émoussée, (B) Image au MEB de l'indenteur Vickers [132, 133]

### 5.2.2.4 Calcul de la dureté d'un matériau

La dureté est le rapport entre la force maximale appliquée sur le matériau et une aire de contact en surface [115]. L'aire de contact indenteur/matériau peut être réelle ou projetée et sa détermination nécessite la connaissance des paramètres géométriques de l'indenteur utilisé. D'une manière générale, l'expression littérale de la détermination du calcul est exprimée de la manière suivante :

$$H = \left(\frac{P}{A}\right) \quad (5.1)$$

H : dureté (GPa)

P : charge d'indentation (mN)

A : surface de contact projetée ou réelle de l'indenteur ( $\mu\text{m}^2$ ).

Les mesures de la dureté peuvent varier en fonction de l'approche de calcul. Le tableau 5.1 présente différentes possibilités de calcul de la dureté d'un matériau.

Tableau 5.1 – Différentes méthodes de calcul de la dureté en fonction de la surface de l’empreinte et de la profondeur [134]

Profondeur	Maximale ( $h_{max}$ )	Résiduelle ( $h_R$ )	Contact ( $h_c$ )
<b>Martens</b>			
Aire de contact réelle	$HM = \frac{P}{26.43h_{max}^2}$	$H = \frac{P}{26.43h_R^2}$	$H = \frac{P}{26.43h_c^2}$
		<b>Tangente</b>	<b>Oliver et Pharr</b>
Aire de contact projetée	$H = \frac{P}{24.5h_{max}^2}$	$H = \frac{P}{24.5h_R^2}$	$H = \frac{P}{24.5h_c^2}$

### 5.2.2.5 Calcul du module élastique d’un matériau

La détermination du module élastique d’un matériau par les techniques d’indentation instrumentée se résume en différentes étapes.

i) On trace la courbe de la charge-décharge  $P$  en fonction de la pénétration de l’indenteur  $h$  dans le matériau (Fig. 5.3).

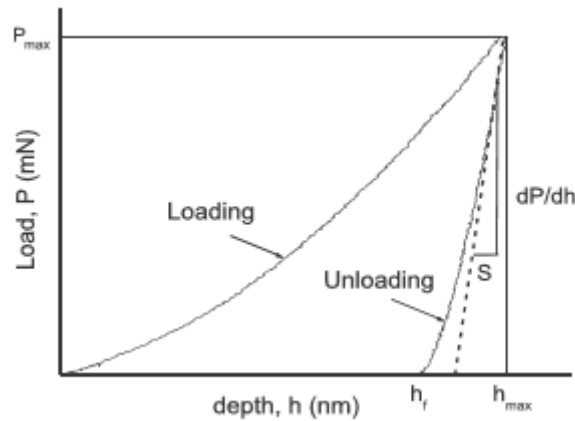


FIGURE 5.3 – Courbe charge-décharge en fonction du déplacement au cours d’un essai d’indentation instrumentée [115]

ii) A travers la courbe de la figure 5.3, la rigidité de contact du matériau  $S$  est alors calculée à partir de la pente au début de la décharge.

$$S = \left( \frac{dp}{dh} \right)_{h=h_m} \quad (5.2)$$

où  $S$ ,  $p$  et  $h$  représentent respectivement la raideur de contact, la charge maximale appliquée et la profondeur maximale de pénétration.

Dans la mesure où la courbe de déchargement n’est jamais linéaire même en début du retrait de la pointe, Oliver et Pharr [135] ont modélisé cette partie de la courbe par une loi de puissance reliant la charge appliquée  $P$  à la profondeur de pénétration associée  $h$  et la profondeur résiduelle

$h_f$  :

$$P = B(h - hf)^m \quad (5.3)$$

où  $B$ ,  $hf$  et  $m$  représentent des paramètres obtenus par lissage de la courbe de déchargement ; et qui dépendent du matériau, de la charge appliquée et de l'indenteur utilisé. Par conséquent, la raideur de contact devient donc égale à :

$$S = \left(\frac{dp}{dh}\right)_{h=hm} = mB(hm - hf)^{m-1} \quad (5.4)$$

iii) On calcule la profondeur de contact  $h_c$  qui se détermine suivant deux modèles à savoir : le modèle d'Oliver et Pharr [135] et le modèle de Loubet et al. [136] qui sont respectivement représentés par les équations suivantes :

$$h_c = hm - \varepsilon\left(\frac{P_{max}}{S}\right) \quad (5.5)$$

$$h_c = \alpha\left(hm - \frac{P_{max}}{S}\right) \quad (5.6)$$

avec  $\varepsilon$  égal à 0.75 d'après Oliver et Pharr [135].

Par ailleurs, le choix de l'un ou de l'autre modèle dépend du mode de déformation du matériau durant l'essai d'indentation. Le mode de déformation au bord de l'indenteur peut être du type "sink-in" ou bien du type "pile-up" (Fig. 5.4).

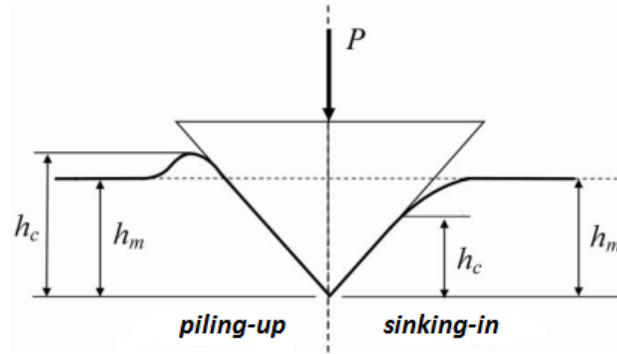


FIGURE 5.4 – Modèle de déformation [130]

Dans le cas du mode de déformation du type piling-up, le bourrelet qui se forme va augmenter l'aire de contact. Par conséquent, le modèle d'Oliver et Pharr ne peut pas s'appliquer. D'où, le modèle de Loubet et al. [136] va permettre de déterminer la profondeur de contact  $h_c$  d'après l'équation présentée ci-dessus, avec  $\alpha$  égal à 1.2.

Dans la littérature, il existe des méthodes qui permettent de donner une information sur le mode de déformation du matériau à travers le calcul d'un indice  $\Delta$  égal  $\frac{hf}{h_{max}}$ . Giannakopoulos et Suresh [137] ont montré par simulation numérique, dans le cas d'un indenteur Vickers, que si  $\Delta$  est supérieur à 0.875, alors la déformation sera du type piling-up. Par contre si  $\Delta$  est inférieur à 0.875, alors la déformation est du type sinking-up. Cependant pour d'autres auteurs comme N'jock et al. [138], la valeur limite de  $\Delta$  est égale à 0.83 pour la détermination du mode de

déformation.

iv) Après avoir déterminé la profondeur de contact, on peut alors déduire le calcul de l'aire de contact par la formule suivante :

$$A_c = k(hc + hb)^2 \quad (5.7)$$

où  $k$  représente un coefficient géométrique qui dépend de l'indenteur utilisé.

v) Enfin, on trace l'inverse de la raideur de contact en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire de contact pour déterminer le module élastique réduit noté  $E_r$ .

Le module élastique réduit est obtenu en déterminant la pente de la droite de régression qui passe par la majorité des points.

$$\frac{1}{S} = C_f + \frac{\sqrt{\Pi}}{2\beta\gamma E_r} \frac{1}{\sqrt{A_c}} \quad (5.8)$$

avec  $\beta$  et  $\gamma$  des paramètres intrinsèques du matériau à caractériser

Ensuite, le module élastique du matériau est déterminé à l'aide de la formule ci-dessous qui prend en compte le module élastique réduit précédemment calculé et plusieurs autres paramètres de l'indenteur utilisé.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu^2)}{E} + \frac{(1 - \nu_{tip}^2)}{E_{tip}} \quad (5.9)$$

$\nu_{tip}$  : Coefficient de Poisson de l'indenteur

$E_{tip}$  : Module élastique de l'indenteur

$\nu$  : Coefficient de poisson de la zone ciblée

$E$  : module élastique de la zone ciblée

$E_r$  : module réduit.

Dans la plupart des cas, la valeur du coefficient de Poisson utilisée  $\nu$  dans le cas des matériaux cimentaires est égale à 0.3 [121].

Des corrections sur les données extraites de l'essai d'indentation instrumentée sont nécessaires afin d'éliminer toutes les sources d'erreurs de mesures. Les principaux paramètres qui peuvent affectés les mesures durant l'essai d'indentation instrumentée sont la complaisance de la machine et l'émoussement de la pointe.

### 5.2.3 Propriétés mécaniques de la pâte de ciment

Des études ont révélé que les valeurs obtenues sur les modules élastiques et de dureté de la pâte cimentaire sont fonction de la composition de la pâte de ciment, de la zone analysée [115, 121, 122, 124] et également de degré d'hydratation de la pâte de ciment [139].

A travers l'analyse microscopique de la pâte de ciment, trois principales phases sont clairement identifiées : le ciment non hydraté, la portlandite (hydroxide de calcium), les silicates de

calcium hydratés (C-S-H) [123, 139]. Par ailleurs, dans la famille des C-S-H, on distingue les C-S-H à faible densité et le C-S-H à densité élevée [115]. Les dimensions caractéristiques des C-S-H à densité élevée varient entre 3-6  $\eta\text{m}$  tandis que ceux à faible densité peuvent atteindre 100  $\eta\text{m}$  [122]. Les valeurs des propriétés mécaniques sur les deux types de C-S-H varient considérablement dans la littérature [115].

Le tableau 5.2 présente quelques valeurs obtenues sur les modules élastiques réduits et de dureté des C-S-H présents dans une pâte de ciment durcie.

Tableau 5.2 – Propriétés mécaniques des C-S-H présents dans la pâte de ciment mesurées par nanoindentation [115]

<b>E/C</b>	<b>Caractéristiques</b> <b>Conditions de cure</b>	<b>C-S-H</b>	<b>Er</b> <b>GPa</b>	<b>H</b> <b>GPa</b>
0.4	Conservé dans une solution de chaux (5 mois)	FD	$21.7 \pm 2.2$	-
		DE	$29.4 \pm 2.$	-
0.35	Conservé dans un bassin d'eau ( $20 \pm 3^\circ\text{C}$ ) pendant 28 j	FD	$23.4 \pm 3.4$	$0.7 \pm 0.2$
		DE	$31.4 \pm 2.1$	$1.3 \pm 0.2$
0.5	Conservé pendant 28 j à $20^\circ\text{C}$	FD	$18.1 \pm 4.1$	-
		DE	$31.0 \pm 4.0$	-
0.5	Conservé dans un bassin d'eau pendant 5 mois	FD	$18.2 \pm 4.2$	$0.5 \pm 0.2$
		DE	$29.1 \pm 4.0$	$0.8 \pm 0.2$
0.5	Pâte de ciment	FD	$19.5 \pm 5.0$	$0.5 \pm 0.2$
		DE	$33.44 \pm 5.5$	$1.0 \pm 0.2$

FD : Faible densité

DE : Densité élevée.

D'une manière générale, les modules élastiques réduits ( $E_r$ ) des C-S-H (à faible densité et à densité élevée) se trouvent autour de 25 GPa [122]. Pour les phases combinées C-S-H et d'hydroxyde de calcium, le module élastique réduit est autour de 40 GPa [122].

Par ailleurs, les valeurs des modules élastiques et de dureté peuvent être élevées lorsqu'on se retrouve dans des phases autres que celles des C-S-H purs. La figure 5.5 présente des plages de mesures des propriétés mécaniques sur différentes zones de la pâte de ciment durcie analysées.

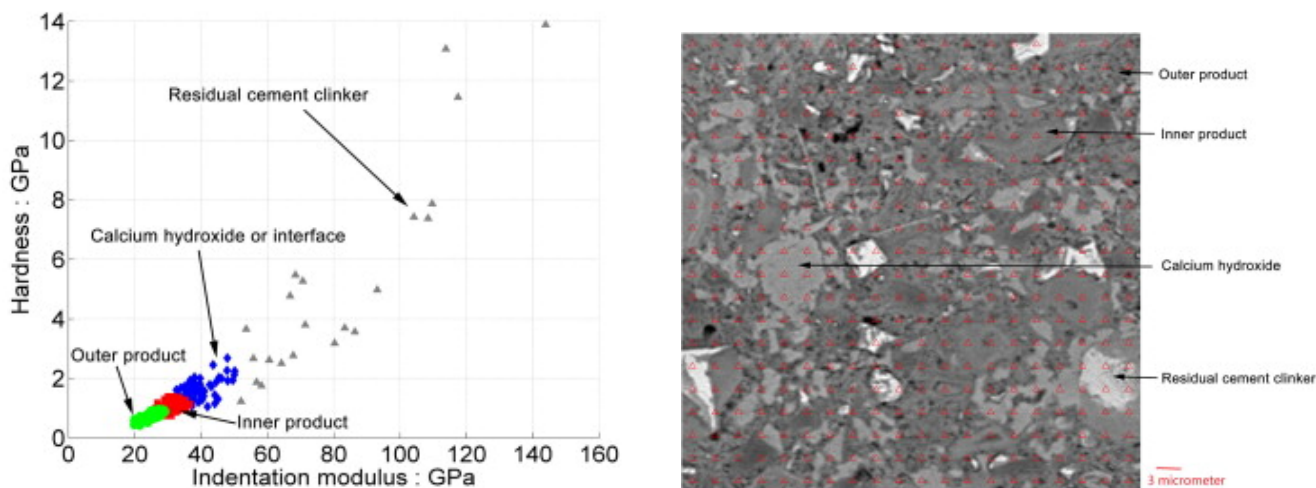


FIGURE 5.5 – Propriétés mécaniques de la pâte de ciment avec E/C égal à 0.4 [115]

L'observation faite à travers la figure 5.5 montre que les valeurs des modules élastiques et dureté de la pâte de ciment des C-S-H pures sont inférieures à celles des hydroxydes de calcium et de particules de clinker non hydratés. Ainsi, les propriétés mécaniques des phases partiellement et non hydratées sont supérieures à celles totalement hydratées. De même, les travaux de Velez et al. [121] ont montré que les phases d'un ciment portland ( $C_3S$ ,  $C_2S$ ,  $C_3A$  et  $C_4AF$ ) avaient des modules élastiques  $E_0$  compris entre 125 et 145 GPa. Par ailleurs, les duretés étaient respectivement de 10 GPa pour les  $C_3A$  et compris entre 8 et 9 GPa pour les trois autres phases.

Les travaux de Hughes et Trtik [124] montrent que les modules élastiques  $E_0$  des C-S-H sont compris entre 22 et 25 GPa. Pour les phases combinées C-S-H et hydroxydes de calcium (CH), les modules élastiques et duretés sont respectivement de  $26.53 \pm 8.00$  GPa et de dureté  $0.91 \pm 0.31$  GPa. Quant à la phase CH, les valeurs de module élastique et de dureté sont respectivement de  $29.1 \pm 10.0$  GPa et de  $1.00 \pm 0.43$  GPa [124].

Les travaux de Haecker et al. [139] ont montré que les valeurs de modules élastiques sur la pâte de ciment durci étaient également corrélées avec le rapport E/C et le degré d'hydratation. Ces travaux ont montré que le module élastique de la pâte de ciment diminue en fonction de l'augmentation du rapport E/C à une échéance donnée [139]. A 14 jours de cure, les modules élastiques de la pâte de ciment sont environ de 31 GPa, 18 GPa et 16 GPa respectivement pour les rapports E/C de 0.25, 0.50 et 0.60. Tandis qu'à 56 jours de cure, les modules élastiques de la même pâte de ciment durci sont de 33 GPa, 20 GPa et 18 GPa respectivement pour les rapports E/C de 0.25, 0.50 et 0.60 [139]. La figure 5.6 présente une synthèse des travaux expérimentaux de Haecker et al. [139] sur le module élastique de la pâte de ciment en fonction du taux d'hydratation ( $\alpha$ ) et du rapport E/C.

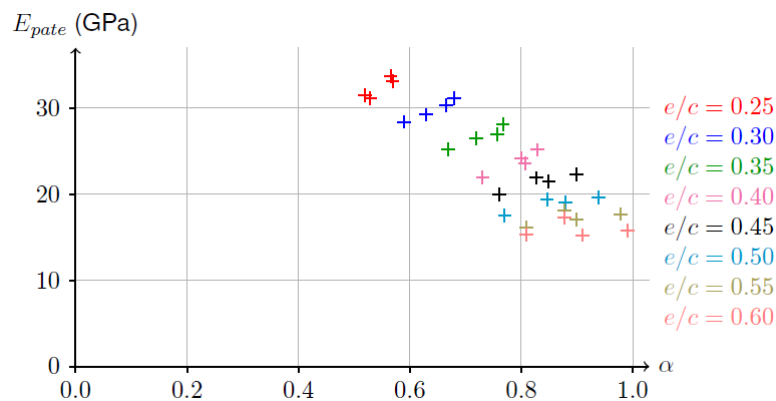


FIGURE 5.6 – Module de la pâte de ciment en fonction du degré d’hydratation  $\alpha$  et du rapport E/C [139]

avec  $\alpha$  égal au rapport entre le clinker hydraté sur le clinker initial.

Le module élastique de la pâte de ciment pure est par conséquent corrélé au degré d’hydratation. Les valeurs des modules élastiques  $E_0$  ou  $E_{p\grave{a}te}$  sont élevées pour les faibles rapports de E/C [139, 140].

En somme, nous observons qu’il y a une dispersion sur les valeurs des propriétés mécaniques de la pâte de ciment retrouvées dans la littérature. Mais également, les écart-types entre les points mesurés sont importants dans certains cas [124]. Ainsi, une attention particulière doit être faite au niveau de la préparation des échantillons afin d’éviter tout endommagement qui conduirait à une dispersion accentuée des mesures.

## 5.3 Matériaux

### 5.3.1 Choix et justification des matériaux utilisés

Dans cette étude, trois séries de mortiers confectionnées avec les ciments de type CEM I 52,5 N et CEM III/A 42,5 N ont été utilisées pour la réalisation des essais d’indentation instrumentée. La première série concerne le mortier réalisé à base du sable normalisé qui va servir de référence dans l’étude. Les deux autres séries comprennent respectivement les mortiers confectionnés avec les sables de MIDND améliorés de type MAC-A et MAC-S en substitution totale du sable normalisé.

Dans l’optique de mieux comprendre l’influence des particules de mâchefers d’incinération comparativement aux grains de sable normalisé dans la matrice cimentaire, nous avons fait le choix dans cette phase de l’étude, de caractériser uniquement les mortiers de mâchefers en substitution totale du sable normalisé afin d’expliquer les interactions entre les grains de sable normalisé et/ou mâchefers d’incinération d’avec la pâte de ciment.

### 5.3.2 Préparation des matériaux

Les mortiers à base de sable normalisé (référentiel) ont été confectionnés conformément à la norme EN 196-1 [97] tandis que les mortiers à base de mâchefers d’incinération ont été confectionnés à travers le mode opératoire décrit dans le paragraphe (Cf. § 4.3.2, page 122).

Pour la réalisation des analyses de la microstructure, les échantillons prélevés sur l'une des deux parties issues de la flexion trois points, de dimensions moyennes de  $1\text{ cm}^3$ , ont été placés dans une étuve entre  $40\text{ °C}$  et  $60\text{ °C}$ .

## 5.4 Matériels et méthodes

### 5.4.1 Description du matériel utilisé

Le microscope électronique à balayage utilisé dans l'étude est celui du département Génie Civil & Environnemental de l'Institut Mines Télécom Lille-Douai, de marque HITACHI S-4300SE/N (Fig. 5.7).



FIGURE 5.7 – Microscope électronique à balayage du département GCE

L'indenteur utilisé pour déterminer les propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie est celui du type Vickers. Le choix s'est orienté vers cet indenteur à cause de l'hétérogénéité du matériau et aussi dans le but d'éviter de trop affecter le matériau en profondeur.

### 5.4.2 Mode opératoire de l'essai

Les échantillons vont passer successivement par des étapes d'imprégnation de la résine époxy et de polissage avant la réalisation de l'essai proprement dit (Cf. § 5.2.2.1, page 158).



Les échantillons ont été analysés au MEB équipé d'un EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) pour déterminer la composition moyenne de la pâte de ciment. Nous avons fait le choix d'une tension d'accélération de 20 kV pour une observation en mode BSE.

Une série de 20 pointés ont été réalisés pour caractériser à différentes zones de la pâte de ciment et les valeurs moyennes obtenues ont permis de quantifier les éléments chimiques en proportions massiques et atomiques.

Dans la réalisation des essais d'indentation instrumentée, différentes zones ont été identifiées sur la pâte de ciment et une série de 12 mesures a permis de déterminer les modules élastiques et de dureté de la pâte de ciment. L'essai s'est effectué conformément à la norme ASTM. Le cycle est composé de trois phases. Une première phase de chargement qui dure 30 secondes ; une seconde phase de maintien de la charge (15 secondes) et enfin une phase de déchargement qui dure également 30 secondes. Les charges appliquées sur la pâte de ciment durcie étaient de 200 mN, 400 mN, 600 mN et 800 mN.

## 5.5 Résultats et discussions

### 5.5.1 Acquisitions des images au microscope électronique à balayage

Les figures 5.8, 5.9 et 5.10 présentent les images obtenues au microscope électronique à balayage de la matrice cimentaire, respectivement pour les mortiers normalisés (SN) et pour les mortiers MAC-A et MAC-S.

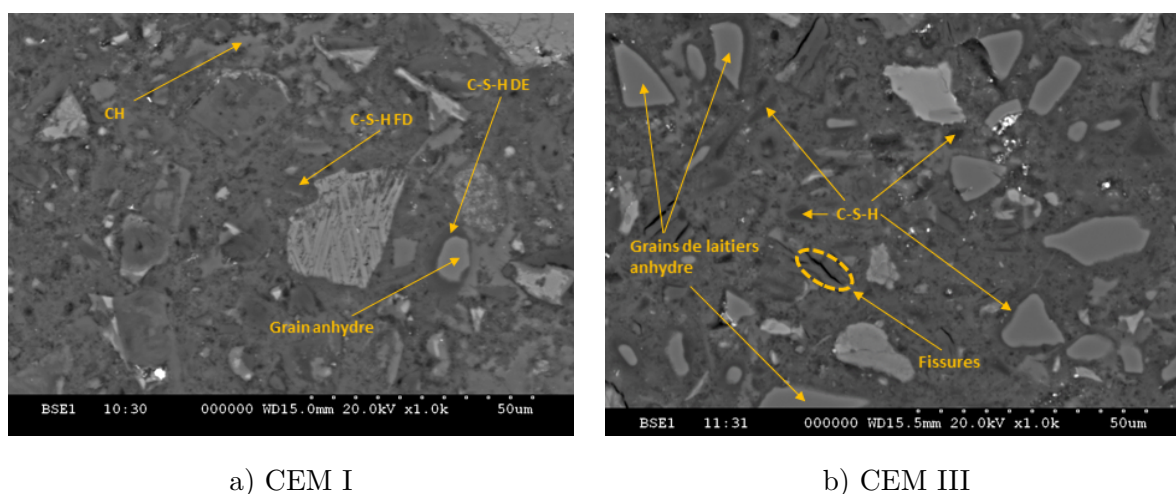
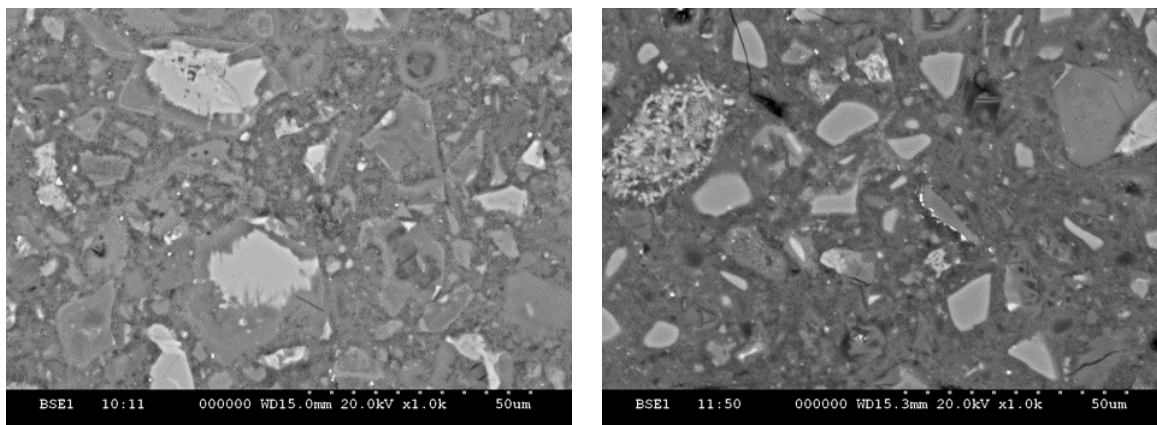


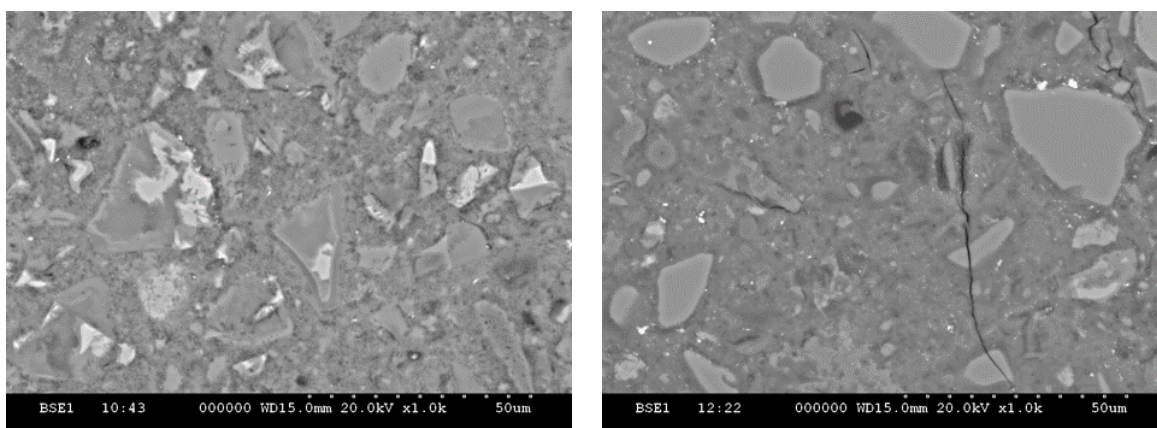
FIGURE 5.8 – Images au MEB des mortiers SN à 180 jours de cure



a) CEM I

b) CEM III

FIGURE 5.9 – Images au MEB des mortiers MAC-A à 180 jours de cure



a) CEM I

b) CEM III

FIGURE 5.10 – Images au MEB des mortiers MAC-S à 180 jours de cure

Au vu des images de la matrice cimentaire obtenues au microscope électronique à balayage, les pâtes de ciment se différencient par la présence des grains de laitiers dans les éprouvettes confectionnées avec le CEM III (Fig. 5.8b). Dans l'ensemble, nous observons des grains de clinker et de laitiers non hydratés et des phases de C-S-H totalement hydratées (Fig. 5.8).

Nous observons aussi des fissures longitudinales et transversales (Fig 5.10b)) sur quelques éprouvettes. Les échantillons ont été prélevés sur des éprouvettes préalablement passées par des essais mécaniques (essais de flexion à trois points et de compression mono axiale). Les différents chargements appliqués sur l'éprouvette ont sans doute occasionné ces fissures observées sous MEB. L'apparition des fissures peut également être due au passage des échantillons dans une étuve, bien que ce soit à des températures relativement basses (40 ° C et 60 ° C). Ainsi, pour les futurs développements, nous préconisons de prélever les échantillons destinés à ce type d'analyse, directement sur des éprouvettes n'ayant subi aucun chargement mécanique.

### 5.5.2 Composition élémentaire massique de la pâte de ciment sur les matériaux étudiés

Les tableaux 5.3, 5.4, 5.5, 5.6, 5.7 et 5.8 décrivent la composition élémentaire moyenne obtenue à partir des observations MEB avec EDX de la pâte de ciment durcie pour les différents mortiers confectionnés. Les valeurs obtenues sont les moyennes en pourcentages massiques d'au moins 20 points identifiés sur la pâte de ciment.

Tableau 5.3 – Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier SN CEM-I

Éléments	Valeurs moyennes	Min	Max	Ecartype
Oxygène	42.6	40.6	47.7	1.7
Magnésium	0.3	0.1	0.5	0.1
Aluminium	1.7	1.1	2.8	0.4
Silicium	11.1	8.3	12.4	1.0
Soufre	1.7	1.4	2.2	0.2
Potassium	0.3	0.1	0.4	0.1
Calcium	41.1	37.5	45.4	1.9
Titane	0.3	0.1	0.5	0.1
Fer	1.3	0.8	2.4	0.4

Tableau 5.4 – Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier SN CEM-III

Éléments	Valeurs moyennes	Min	Max	Ecartype
Oxygène	41.4	37.3	45.2	2.1
Magnésium	0.9	0.3	2.1	0.5
Aluminium	2.5	1.7	3.6	0.5
Silicium	12.8	11.3	14.8	1.0
Soufre	1.2	0.9	2.1	0.3
Potassium	0.4	0.2	0.6	0.1
Calcium	39.0	35.1	43.6	2.4
Titane	0.4	0.1	0.6	0.2
Fer	1.6	0.4	4.3	1.1

Tableau 5.5 – Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-A CEM-I

Éléments	Valeurs moyennes	Min	Max	Ecartype
Oxygène	42.7	31.3	53.6	4.1
Sodium	0.2	0.1	0.4	0.1
Magnésium	0.3	0.1	0.5	0.1
Aluminium	2.6	1.6	4.8	1.0
Silicium	9.0	5.3	11.8	1.5
Soufre	2.0	1.6	2.8	0.3
Chlore	0.7	0.3	1.8	0.4
Potassium	0.1	0.1	0.3	0.1
Calcium	39.9	28.6	47.1	3.9
Titane	0.3	0.1	1.3	0.4
Fer	1.7	1.0	2.6	0.4

Tableau 5.6 – Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-A CEM-III

Éléments	Valeurs moyennes	Min	Max	Ecartype
Oxygène	40.3	34.2	45.1	2.8
Sodium	0.2	0.1	0.5	0.1
Magnésium	0.9	0.3	3.4	0.8
Aluminium	3.0	1.8	4.9	0.8
Silicium	10.3	6.0	13.6	1.9
Soufre	1.9	1.0	3.8	0.6
Chlore	0.6	0.2	1.5	0.4
Potassium	0.4	0.2	0.9	0.2
Calcium	38.5	21.7	45.3	4.9
Titane	0.3	0.1	1.1	0.3
Fer	1.6	0.6	3.2	0.7

Tableau 5.7 – Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-S CEM-I

Éléments	Valeurs moyennes	Min	Max	Ecartype
Oxygène	38.9	30.6	43.9	3.0
Sodium	0.2	0.1	0.3	0.1
Magnésium	0.3	0.2	1.3	0.3
Aluminium	1.8	1.2	2.8	0.5
Silicium	10.9	8.5	12.4	1.0
Soufre	2.0	1.6	2.6	0.3
Chlore	0.6	0.3	1.5	0.3
Potassium	0.3	0.1	0.5	0.1
Calcium	43.1	38.8	48.5	2.6
Titane	0.5	0.1	5.2	1.4
Fer	1.5	1.0	3.9	0.6

Tableau 5.8 – Composition élémentaire de la pâte cimentaire du mortier MAC-S CEM-III

Éléments	Valeurs moyennes	Min	Max	Ecartype
Oxygène	41.4	32.8	45.9	3.6
Sodium	0.3	0.1	0.4	0.1
Magnésium	0.7	0.5	1.5	0.3
Aluminium	2.7	1.8	4.8	0.8
Silicium	10.2	8.6	13.9	1.5
Soufre	1.9	1.5	2.8	0.2
Chlore	0.9	0.3	1.8	0.4
Potassium	0.4	0.3	0.8	0.1
Calcium	39.3	34.8	48.5	3.1
Titane	0.2	0.1	0.6	0.1
Fer	1.3	0.1	2.1	0.5

A travers l'analyse de ces tableaux, les observations et conclusions peuvent être articulées de la manière suivante :

- i) D'une manière générale, on constate qu'il y a des teneurs plus élevées en aluminium et en magnésium dans la pâte cimentaire à base de ciment de type CEM III comparativement à celles du ciment de type CEM I. Les proportions massiques en magnésium sont équivalentes sur les mortiers SN, MAC-A et MAC-S confectionnés avec le ciment CEM I. Le même constat est aussi observé dans les mortiers confectionnés avec le CEM III. Ces taux élevés en aluminium et magnésium proviennent de la composition chimique du CEM III où ces proportions sont beaucoup plus élevées que dans le ciment de type CEM I (Tab. 5.9).

- ii) La substitution du sable normalisé par le sable de mâchefers amélioré (MAC-A et MAC-S), a fait apparaître de nouveaux éléments chimiques tels que le sodium et le chlore. Ces éléments qui n'apparaissaient pas dans le mortier de référence proviennent du sable de mâchefers d'incinération où les essais de fluorescence X ont permis de les identifier.
- iii) Les proportions massiques en sodium sur les pâtes de ciment sont identiques pour les mortiers MAC-A et MAC-S quel que soit le ciment utilisé. Ce résultat s'explique par la composition moyenne chimique semblable de l'élément sodium dans les deux sables de MIDND améliorés (en moyenne de 3.4%).
- iv) Les concentrations massiques en chlore sur les pâtes de ciment sont quasiment identiques pour les deux sables de mâchefers. Cela s'explique par les teneurs en chlore sur les grains des deux sables de mâchefers qui sont en moyenne de l'ordre de 0.8%.

Le tableau 5.9 présente la composition chimique des deux ciments de type CEM I 52,5 N et CEM III 42,5 N réalisée par les analyses de fluorescence X.

Tableau 5.9 – Composition chimique des ciments CEM I et CEM III/A

Élément	CEM I	CEM III/A
	Concentrations massiques (%)	
Oxygène	41.0	41.7
Sodium	0.3	0.3
Magnésium	0.5	2.6
Aluminium	2.3	4.6
Silicium	8.1	12.5
Phosphore	0.1	Traces
Soufre	1.69	1.1
Potassium	0.9	0.6
Calcium	42.4	34.8
Titane	0.2	0.4

### 5.5.3 Propriétés mécaniques de la pâte de ciment durcie

Les propriétés mécaniques mesurées sont le module élastique  $E_{p\grave{a}te}$  et la dureté de Martens  $H_{p\grave{a}te}$  de la pâte de ciment. Les figures 5.12 et 5.13 présentent respectivement la courbe de l'essai d'indentation instrumentée brute et les graphes qui ont permis de déterminer un exemple de module élastique réduit de la pâte ciment durcie à l'échelle microscopique. Les essais ont été effectués sur les zones hydratées de la pâte de ciment (Fig. 5.11) et les valeurs obtenues sont des modules homogénéisés moyennant différentes phases.

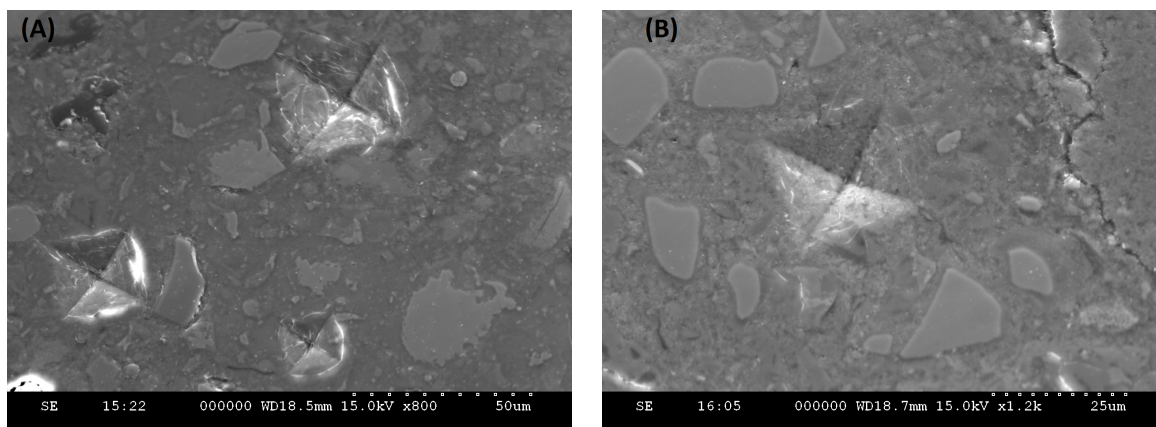


FIGURE 5.11 – Empreintes de l'indenteur Vickers sur les pâtes de ciment (A)- MAC-A CEM I, (B)- MAC-A CEM III

La figure 5.12 permet de déterminer la rigidité de contact  $S$  du matériau. A l'aide des valeurs de la rigidité de contact et de l'aire réelle de contact, on trace la courbe de l'inverse de la raideur de contact en fonction de l'inverse de la racine carrée de l'aire projetée (Fig. 5.13). La droite de régression qui passe par la plupart des nuages de points permet de déterminer le module réduit de la pâte de ciment (pente de la droite). Une correction des valeurs obtenues a été réalisée compte tenu du fait que la droite de régression ne passait pas par l'origine des abscisses et des ordonnées. En effet, la déformation de l'indenteur durant l'essai est considérée par le capteur de déplacement comme un déplacement dans l'échantillon. Par conséquent, la complaisance de l'instrument notée  $C_f$  est déterminée et va permettre d'affiner les mesures obtenues au cours de l'essai. Pour le cas de la figure 5.13, la complaisance de l'instrument  $C_f$  est de 1.028. Le module élastique est déterminé par l'expression littérale décrite dans le paragraphe § 5.2.2.5, page 163, avec pour coefficient de Poisson  $\nu$  égal à 0.3.

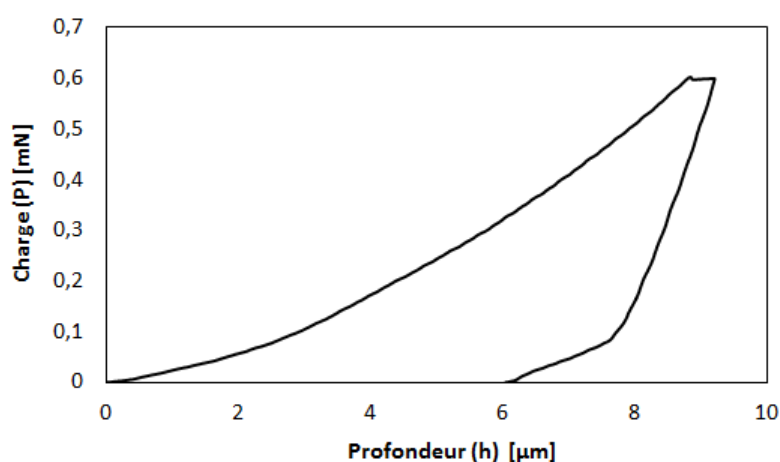


FIGURE 5.12 – Exemple de la courbe d'indentation instrumentée brute de la pâte de ciment SN

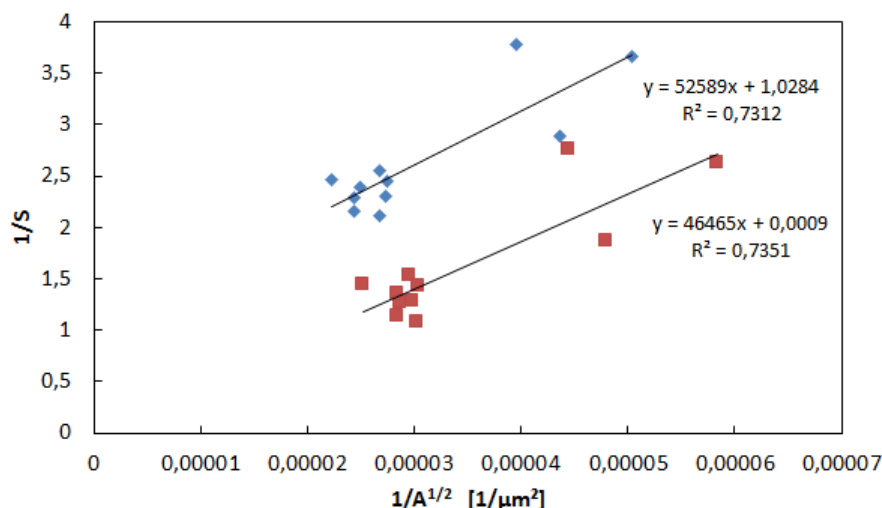


FIGURE 5.13 – Détermination du module réduit de la pâte de ciment SN

Les modules élastiques et de dureté de la pâte de ciment durci pour les mortiers SN, MAC-A et MAC-S sont résumés dans le tableau 5.10.

Tableau 5.10 – Mesures du module élastique et de la dureté de Martens de la pâte de ciment

Provenance		SN	MAC-A	MAC-S
Rapport E/C		0.50	0.66	0.71
Taux des fines $\leq 63 \mu\text{m}$		0%	6.2%	4.3%
<b>CEM I</b>	$E_r$ (GPa)	16.3	38.4	57.5
97% Clinker	$E_0$ (GPa)	15.1	36.2	55.0
	$H_0$ (GPa)	0.30	0.6	0.8
<b>CEM III</b>	$E_r$ (GPa)	42.6	20.3	18.9
54% Clinker	$E_0$ (GPa)	40.2	18.8	17.4
43% Laitiers	$H_0$ (GPa)	3.2	0.60	0.6

Au regard du tableau 5.10, les commentaires et suggestions suivantes peuvent s'articuler autour des différents points :

- i) Le module élastique  $E_0$  de la pâte de ciment pour le mortier de référence confectionné avec le ciment de type CEM I est de 15.04 GPa. Cette valeur se retrouve bien dans les plages d'intervalles des travaux de Haecker et al. [139] pour un rapport E/C du mélange égal à 0.50. Cette valeur est aussi comprise dans les proportions d'autres valeurs retrouvées dans la littérature [115, 140, 141]. Par ailleurs, lorsqu'on substitue le ciment CEM I par le CEM III dans le cas du mortier de référence, on constate une évolution du module élastique  $E_0$  et de la dureté de la pâte de ciment respectivement de 40.23 GPa et de 3.14 GPa. Cette augmentation des propriétés mécaniques de la pâte de ciment est sans doute due à la composition chimique du ciment CEM III (54% clinker + 43% de laitiers) qui est



beaucoup plus riche en microparticules de  $SiO_2$  et de  $Al_2O_3$  comparativement au ciment de type CEM I (Cf. § Annexe D.1, page 206). La substitution d'une partie du clinker par les grains de laitiers va engendrer une réaction chimique entre les microparticules de silice ( $SiO_2$ ) et d'hydroxyde de calcium  $Ca(OH)_2$  présentes dans la matrice cimentaire, pour former d'avantages de silicates de calcium hydratés (C-S-H). Par exemple, les travaux de Niewiadomski et al. [142] ont montré que la substitution d'une partie de ciment par une addition des nanoparticules (en poids de ciment) de  $SiO_2$  (10-20  $\eta m$ ), de  $Al_2O_3$  ( $< 50 \eta m$ ) et de  $TiO_2$  ( $< 25 \eta m$ ) augmentait les valeurs des modules élastiques et duretés de la pâte de ciment comparativement à celle du mortier de référence (ne contenant pas des nanoparticules). De même, plusieurs auteurs sont allés dans le même sens en montrant que l'incorporation des nanoparticules de silice jusqu'à un certain seuil (optimum), pouvait entraîner une réaction par effet pouzzolanique entre la silice et la portlandite pour former des hydrates stables et par conséquent, augmenter les propriétés mécaniques de la pâte de ciment [115, 141, 142, 143, 144, 145, 146, 147, 148, 149].

- ii) Lorsqu'on substitue totalement le sable normalisé par le sable de mâchefers d'incinération (MAC-A et MAC-S) dans les éprouvettes confectionnées avec le ciment de type CEM I, on observe une augmentation du module élastique et de la dureté de la pâte de ciment. Les modules élastiques et de dureté sont de l'ordre de 36.17 à 55.06 GPa et 0.56 à 0.75 GPa respectivement pour les éprouvettes MAC-A et MAC-S. L'hypothèse susceptible d'expliquer cette augmentation par rapport à l'éprouvette de référence (SN) est sans doute la présence des microparticules ( $\leq 63 \mu m$ ) de silice ( $SiO_2$ ) et d'alumine ( $Al_2O_3$ ) dans les sables de mâchefers d'incinération comparativement au sable normalisé (§ Tab. 3.6, page 96). Ces microparticules présentes dans les particules fines ont pu réagir avec les hydroxydes de calcium pour former d'avantages des C-S-H comme nous l'avons expliqué dans le paragraphe précédent [115, 142, 143]. Il se peut donc que les microparticules de silice et d'alumine aient pu jouer le même rôle que dans celui du mortier de référence formulé avec le ciment de type CEM III [126, 141, 142, 145]. Néanmoins, une caractérisation beaucoup plus approfondie s'avère nécessaire pour qualifier et quantifier la composition chimique et minéralogique des particules fines ( $\leq 63 \mu m$ ) contenues dans les sables de mâchefers d'incinération de type MAC-A et MAC-S afin de confirmer cette hypothèse.
- iii) La substitution du sable normalisé par les sables de mâchefers d'incinération dans les éprouvettes formulées avec le ciment de type CEM III a révélé une diminution des propriétés mécaniques de la pâte de ciment comparativement aux éprouvettes confectionnées avec le ciment CEM I (augmentation des propriétés mécaniques). Les valeurs de modules élastiques pour le ciment CEM III sont de 18.82 GPa pour les MAC-A et de 17.44 GPa pour les MAC-S largement inférieures à 40.23 GPa pour le mortier de référence. L'hypothèse qui pourrait tenter d'expliquer cette diminution des propriétés mécaniques dans la pâte de ciment à base du CEM III est due à la présence d'une importante quantité de microparticules de silice et d'alumine présentes à la fois dans le ciment de type CEM III et dans les sables de mâchefers d'incinération ( $\leq 63 \mu m$ ). Nazari et Riahi [145] ont montré que la forte proportion de nanoparticules d'alumine supérieure à la quantité nécessaire serait à l'origine de l'apparition des zones de faibles propriétés mécaniques dans la pâte de ciment. Kong et al. [141] ont montré

dans leurs travaux que l'excès de nanosilice va générer une agglomération de ces nanoparticules dans la pâte de ciment. Ainsi, le gel de C-S-H issu de la réaction pouzzolanique entre une partie de la silice et la portlandite ne pourra pas pénétrer ces agglomérats pour jouer le rôle de liaison (liant). Par conséquent, il y aura une zone de transition interne (ITZ) entre les agglomérats de silice et la pâte. Cette zone de transition pourrait probablement affaiblir le principal rôle de la nano-silice et par conséquent diminuer les propriétés mécaniques de la pâte de ciment. Néanmoins, ces interrogations (apparition d'une zone de transition dans la pâte) n'ont pas fait l'objet d'une étude approfondie dans cette recherche. Par ailleurs, des analyses complémentaires (plusieurs points à caractériser sur la pâte de ciment durcie avec des espacements beaucoup plus réduits) doivent être effectuées pour confirmer ces résultats préliminaires obtenus et d'interpréter les données obtenues par une analyse statistique.

Les travaux de Rupasinghe et al. [147] ont également révélé l'incorporation d'une quantité élevée de nanoparticules de silice au-delà d'un seuil de substitution en poids de ciment contribuait à réduire les propriétés mécaniques de la pâte de ciment car une grande partie du clinker était remplacée. La production des C-S-H due à la réactivité pouzzolanique des microparticules de silice n'est plus capable de répondre à la réduction des C-S-H due à la perte de clinker dans le mélange. Ainsi, pour offrir une performance mécanique optimale de la pâte de ciment, un bon compromis entre le niveau de substitution de ciment et les inclusions de microparticules s'avère nécessaire [147]. Plusieurs autres auteurs sont également allés dans le même sens tant dans l'incorporation des particules ultra fines de silice que d'alumine [143, 145, 146, 147, 148, 149, 150]. Par exemple, Rupasinghe et al. [147, 148] ont montré dans leurs travaux que les propriétés mécaniques de la pâte de ciment diminuaient au delà de 8% (en proportion massique) de substitution du ciment par particules de nanosilice. Zadeh et Bobko [149] ont montré que le module élastique des C-S-H à faible densité diminuait de 18.72 GPa à 15.82 GPa lorsqu'on augmentait la substitution d'un ciment portland par les cendres volantes de 20% à 60%. De même, Zyganitidis et al. [150] a montré que le module élastique diminue de 26 GPa à 23.5 GPa quand on introduit 0.5% de nanosilice en poids de ciment.

## 5.6 Conclusions

Ce chapitre avait pour objectif de déterminer le module élastique et la dureté de la pâte de ciment contenant les MIDND par une nouvelle technique d'analyse par indentation instrumentée sous microscope électronique à balayage. Les valeurs obtenues sur les propriétés mécaniques de la pâte de ciment de référence confectionnée avec le ciment de type CEM I sont comprises dans les intervalles de mesures trouvées dans la littérature scientifique. La substitution du ciment Portland par le ciment de laitier de hauts fourneaux entraîne une augmentation du module élastique et de dureté de la pâte de ciment témoin. Le même phénomène est également observé après la substitution du sable normalisé par les deux sables de MIDND confectionnés à base du CEM I.

Par ailleurs, la chute des propriétés mécaniques de la pâte est observée en substituant le sable

normalisé par les sables de mâchefers en présence du ciment de laitier. Ces tendances pourraient s'expliquer par l'hypothèse selon laquelle l'incorporation de microparticules de silice jusqu'à un seuil (optimum) , a réagi avec la portlandite pour former des C-S-H supplémentaires dans la pâte de ciment. Cependant, au-delà d'une certaine valeur optimale, une baisse des modules élastiques et de dureté de la pâte de ciment est observée. Néanmoins, il serait beaucoup plus judicieux d'identifier au préalable les zones de la pâte de ciment à analyser (clinker, CH, C-S-H) avant de déterminer les modules élastiques et de dureté dans l'optique de comparer les valeurs obtenues avec celles retrouvées dans la littérature.

# Conclusions générales et perspectives

## Conclusions générales

Le sujet de thèse intitulé " **Contribution à l'élaboration de sables de mâchefers améliorés en vue d'une valorisation dans la formulation de matériaux cimentaires** " avait pour objectif dans une première phase d'élaborer une nouvelle méthodologie de traitement, au sens de l'enlèvement des métaux ferreux et non-ferreux, conduisant à la production des MIDND de qualité supérieure en référence aux MIDND classiques et dans une seconde phase, d'évaluer la compatibilité de la fraction 0-2 mm de MIDND traités en interaction cimentaire.

Les conclusions obtenues dans le cadre de cette recherche sont présentées ci-après.

## Synthèse bibliographique

Les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux sont des matériaux granulaires bien connus dans le monde et sont principalement utilisés en techniques routières. Par ailleurs, les principaux pays producteurs en Europe (Allemagne, France, Pays-Bas et Danemark) de ces matériaux ont établi des réglementations pour encadrer leurs utilisations afin de limiter les éventuelles contaminations des nappes d'eau souterraines par lessivage. Cependant, les néerlandais sont les premiers à développer une directive sur l'utilisation des agrégats de mâchefers en substitution partielle dans la confection des matériaux cimentaires. Cette directive est entrée en vigueur en 2012 et repose sur les exigences définies dans les normes européennes EN 206-1 et EN 12620.

Les mâchefers d'incinération présentent des caractéristiques physiques et chimiques semblables quelle que soit leur provenance. Les coefficients d'absorption, les masses volumiques réelles et absolues des mâchefers produits en France sont compris dans les mêmes intervalles comparativement à ceux produits dans les autres pays européens. Néanmoins, une légère différence s'observe sur les masses volumiques dans certains cas, en raison de la présence ou non des particules métalliques dans les matériaux. Les espèces minérales les plus identifiées dans les mâchefers sont le quartz, la calcite, le corindon et les oxydes de fer (magnétite, hématite, wüstite, etc.).

La valorisation des mâchefers d'incinération dans le secteur de la construction a révélé l'apparition de certaines pathologies de gonflement sur les ouvrages réalisés. Nous pouvons citer la formation du gel d'aluminium, l'ettringite secondaire, la réaction alcali-silice. Ces phénomènes de

gonflement sont dûs à la présence des métaux ferreux et non-ferreux, et plus particulièrement de l'aluminium métal et de sels solubles présents à des teneurs très élevées. Les éléments métalliques sont responsables des faibles propriétés mécaniques et d'instabilité dimensionnelle concernant les ouvrages confectionnés avec les mâchefers. Depuis ces dix dernières années, de nouvelles techniques de traitement ont vu le jour dans le but d'optimiser l'enlèvement des particules métalliques, plus présentes dans les fractions fines car les techniques de traitement conventionnelles ne sont pas adaptées à la récupération des particules métalliques dans les fractions fines. Ces nouvelles techniques se regroupent en deux catégories : les procédés de séparation par voie sèche (Granova et ADR-Inashco) et les procédés de séparation par voie humide (Indaver et procédé AEB).

### **Méthodologie de traitement développée dans l'étude**

Trois mâchefers d'incinération ont été étudiés dans cette étude : deux mâchefers représentatifs de la région Hauts-de-France et l'autre provenant de l'Île-de-France.

A travers les différentes techniques de traitement de mâchefers identifiées dans la littérature scientifique et dans l'optique d'une valorisation des mâchefers à plus forte valeur ajoutée dans les matériaux cimentaires, une nouvelle méthodologie de traitement a été proposée dans cette recherche. Cette méthodologie se regroupe en trois étapes : une séparation mécanique, un criblage et une séparation magnétique. Tout d'abord, la première étape a consisté à broyer les MIDND bruts de fraction granulométrique 0-20 mm pour éliminer les adhérences entre les particules métalliques et la fraction minérale. Ensuite un criblage a eu lieu pour optimiser la récupération et enfin des tambours magnétiques (pôles axiaux), des poulies magnétiques (néodyme-fer-bore) et des séparateurs à courant de Foucault spécifique NES 4T à pôles excentrés ont permis de récupérer les métaux ferreux et non-ferreux dans les fractions 0-4 mm.

Les taux de récupération des métaux ferreux purs dans la fraction 0-4 mm à l'aide des tambours magnétiques sont de 16.1%, 14.7% et 17.3% respectivement pour les mâchefers étudiés MAC-H, MAC-S et MAC-A. Par contre, les métaux ferreux impurs sont en moyenne de 40% à 54.5% dans les trois mâchefers utilisés. Les taux de métaux non-ferreux récupérés sont de 7.7%, 5.6% et 3.5% pour les mâchefers MAC-H, MAC-S et MAC-A. Les valeurs obtenues sont supérieures aux valeurs retrouvées dans la littérature scientifique (Indaver, HVC, références françaises, Lamers, Barcellesi, etc.).

### **Caractérisation physique des sables de mâchefers**

Les mâchefers d'incinération de trois provenances différentes ont été caractérisés. Nous avons constaté des différences entre les propriétés physiques des sables de mâchefers traités et non traités. Les masses volumiques absolues des sables non traités étaient en moyenne, de  $2.8 \text{ g/cm}^3$  tandis que pour les sables de mâchefers traités étaient en moyenne, de  $2.6 \text{ g/cm}^3$ . Les coefficients de pertes au feu pour les sables non traités sont supérieurs à la valeur normative (5%), dans les fractions 0-2 mm et 2-4 mm pour les trois mâchefers, excepté MAC-H dans la fraction 2-4 mm. Par contre, pour les sables traités, les pertes au feu sont en dessous de la valeur normative recommandée pour toutes les fractions des trois mâchefers utilisés. Les coefficients d'absorption

en eau (10.5% en moyenne pour les sables non traités et de 7 à 9.4% pour les sables traités) sont largement supérieurs à ceux des sables naturels. Les essais réalisés à l'angulomètre montrent que les particules des trois sables de MIDND, indépendamment de leur provenance sont classées dans la catégorie des granulats concassés tandis que le sable de référence utilisé se retrouve dans une zone intermédiaire entre les granulats roulés et ceux concassés.

### **Caractérisation chimique et minéralogique des sables de mâchefers**

Deux méthodes ont permis de quantifier les éléments chimiques présents dans les sables de mâchefers d'incinération : les analyses de fluorescence aux rayons X et la minéralisation acide aux micro-ondes.

Les analyses de fluorescence X ont permis d'identifier les éléments chimiques majoritaires dans les mâchefers. Nous pouvons citer le calcium, le silicium, l'aluminium, le sodium, le potassium, le magnésium et le soufre principalement dans les fractions 0-2 mm. Ces éléments sont en conformité avec les principaux constituants des mâchefers produits dans d'autres pays européens. La méthodologie de traitement proposée a entraîné une baisse significative des métaux ferreux allant de 10% pour les sables non traités, à 2% pour les sables traités dans la fraction 0-2 mm.

La minéralisation acide au micro-onde a permis de diluer certains éléments qui composent la matrice des sables de mâchefers d'incinération. Les sables de mâchefers traités contiennent en moyenne 90% en moins de métaux ferreux par rapport aux sables non traités dans les fractions 0-2 mm et 2-4 mm des trois mâchefers utilisés. Les sables traités ont 21%, 23% et 29% en moins d'aluminium dans la fraction 0-2 mm par rapport aux sables non traités, respectivement pour les mâchefers MAC-A, MAC-S et MAC-H. Pour les fractions 2-4 mm, ces valeurs sont comprises dans les intervalles de 46% à 62% d'aluminium en moins par rapport aux sables non traités. Ainsi, nous pouvons constater que le taux de récupération des métaux non-ferreux dans la fraction 2-4 mm est supérieur à celui de la fraction 0-2 mm.

Les analyses au DRX sur la fraction granulaire 0-2 mm des MIDND non traités et traités ont permis d'identifier le quartz, la calcite, les oxydes de fer comme des espèces minérales majoritaires, indépendamment de leur provenance et de montrer que le traitement a pu enlever les minéraux de fer.

### **Caractérisation environnementale**

La caractérisation environnementale s'est effectuée sur les grains de mâchefers et aussi sur les monolithes contenant les sables de mâchefers.

Les analyses de lixiviation ont été réalisées sur toutes les fractions des mâchefers d'incinération. Nous constatons que les concentrations des lixiviats sont très élevées dans les fractions fines des mâchefers non traités. Néanmoins, on observe que les concentrations des sulfates pour les mâchefers MAC-A et MAC-S sont supérieures à la valeur limite pour la catégorie V2.

Nous constatons que les concentrations des éluats sur les sables de mâchefers traités sont inférieures à celles obtenues sur les sables de mâchefers non traités, notamment les sels solubles bien que la méthodologie de traitement proposée dans la présente étude se base sur un procédé par voie sèche où l'eau n'interagit pas dans le traitement. Néanmoins, bien que les concentrations

des ions sulfate des sables traités soient inférieures à celles des sables non traités, on observe que ces concentrations sont toujours supérieures à la limite admissible de la catégorie V2 pour les mâchefers MAC-A, MAC-S et MAC-H dans la fraction 0-2 mm et uniquement pour les MAC-A et MAC-S dans la fraction 2-4 mm. Ces résultats obtenus nous permettent d'affirmer que la période de maturation sur les mâchefers d'incinération utilisés (2 à 4 mois) dans cette étude n'est pas suffisante pour réduire au mieux la charge polluante présente dans les matériaux.

La lixiviation effectuée sur les éprouvettes contenant les sables de mâchefers a révélé que seuls ceux réalisés avec le ciment de laitier de hauts fourneaux (CEM III/A 42,5 N) peuvent être valorisables dans les usages de types V1 et V2 conformément à l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011.

### **Comportement physico-mécanique des mortiers à base de sables de mâchefers**

Les mortiers à base de MIDND améliorés ont été confectionnés à différents taux de substitution (100%, 75% et 50%) en remplacement du squelette granulaire du sable normalisé. Deux ciments ont été utilisés : un ciment Portland et un ciment de laitier à moindre impact environnemental. L'utilisation d'un superplastifiant haut réducteur d'eau a été préconisée dans le but d'améliorer la consistance des mortiers contenant les sables de MIDND améliorés. Deux méthodes ont été utilisées pour déterminer le dosage retenu en superplastifiant dans les mortiers à savoir la méthode au cône MBE et la méthode de l'étalement sur la table à secousses. La valeur retenue en adjuvant est de 0.3% d'extrait sec pour toutes les formulations de mortiers.

Les propriétés physico-mécaniques ont été déterminées sur les mortiers confectionnés à base de mâchefers à 7, 28, 90 et 180 jours de cure pour les trois types de matériaux. D'une manière générale, les résistances à la compression diminuaient en fonction du taux de substitution du sable naturel par les sables de mâchefers. Les valeurs obtenues à 28 jours de cure sont supérieures à 30 MPa et à 40 MPa pour les mortiers contenant respectivement 100% et 50% de MIDND améliorés pour les trois provenances.

Les meilleurs résultats sont obtenus pour les mâchefers de type MAC-S : à 28 jours de cure, la baisse de résistance à la compression mono axiale enregistrée est évaluée en moyenne à 10%, 18% et 27% par rapport au mortier de référence (CEM III), respectivement pour les taux de substitution de 50%, 75% et 100% de sable normalisé par le sable de mâchefers.

Nous avons également observé que les deux modèles de prédiction du module élastique sécant (Eurocode et BAEL) ne sont pas représentatifs pour les mortiers à base de mâchefers d'incinération contrairement à ceux des mortiers confectionnés à base du sable normalisé.

Des essais de retrait et gonflement effectués sur les mortiers de formes prismatiques ont permis de montrer que, les valeurs de retrait obtenues sur les mortiers de MIDND améliorés sont inférieures à 2.5 mm/m pour les trois matériaux utilisés après 180 jours d'expérimentation. Les mesures de retrait sur les mortiers de référence avec les deux ciments utilisés sont en moyenne de 1 mm/m. Cette différence est due aux proportions élevées des particules fines contenues dans les trois sables de MIDND améliorés contrairement au sable normalisé.

## Caractérisation de la microstructure de la matrice cimentaire

Les propriétés mécaniques de la pâte de ciment contenant les sables de mâchefers ont été déterminées par une nouvelle technique d'indentation instrumentée sous microscope électronique à balayage. Les mesures obtenues sur le module élastique  $E_0$  et de la dureté  $H_0$  de la pâte de ciment témoin à base de CEM I égales à 15.04 GPa et 0.30 GPa se retrouvaient dans les proportions de valeurs retrouvées dans la littérature. Par contre, deux tendances ont été observées dans cette étude microscopique de la pâte de ciment. Dans un premier temps, les modules élastiques et de la dureté de la pâte de ciment ont augmenté après la substitution du sable normalisé par les trois sables de mâchefers (MAC-A, MAC-S et MAC-H) à base du ciment CEM I. Dans un second temps, une baisse de ces propriétés mécaniques de la pâte de ciment est enregistrée lorsqu'on substitue le CEM I par le CEM III avec les trois sables de mâchefers d'incinération.

## Perspectives

Dans la suite de cette étude doctorale, plusieurs développements futurs sont nécessaires pour une meilleure compréhension des résultats obtenus sur les propriétés des sables de mâchefers d'incinération et également sur leurs comportements dans la matrice cimentaire. Nous pouvons citer notamment :

- i) la caractérisation minéralogique des sables de MIDND améliorés par la méthode Rietveld afin de qualifier et quantifier les espèces minérales présentes dans la phase cristalline et la phase amorphe. La connaissance de ces espèces minérales devrait permettre de mieux expliquer les résultats obtenus sur la partie mécanique des mortiers à base de sables de MIDND traités et non traités ;
- ii) la caractérisation mécanique par des essais triaxiaux sur les sables de MIDND traités et non traités de fractions granulaires 0-2 mm et 2-4 mm. Cette caractérisation mécanique entre l'avant et l'après traitement devrait montrer l'impact positif de la méthodologie développée sur l'amélioration des propriétés mécaniques des sables de MIDND (angle de frottement) ;
- iii) la réalisation d'une étude comparative sur les temps de prise des mortiers frais contenant les sables de MIDND traités et ceux non traités, dans le souci de déterminer l'impact du traitement sur le début de la prise du ciment et la cinétique d'hydratation. Il est bien connu dans la littérature que la présence de certains métaux non-ferreux comme le zinc et le cuivre sont responsables du retard de la prise du ciment dans les mortiers et bétons à base de mâchefers d'incinération ;
- iv) la caractérisation environnementale des mortiers contenant les MIDND. Cette caractérisation devrait s'effectuer par les essais de lixiviation sur éprouvettes monolithiques afin de déterminer l'effet de l'encapsulation des granulats de mâchefers dans la matrice cimentaire. Le test de lixiviation du monolithe est le plus approprié à ce jour pour garantir la sécurité environnementale du produit final, car il illustre au mieux la situation dans laquelle le matériau est mis en œuvre ;
- v) l'étude sur la durabilité des mortiers contenant les sables de MIDND améliorés à travers les



essais de gel/dégel, des essais de résistance et de tenue au feu, les essais de pénétration des ions chlorure, etc ;

- vi) la réalisation d'une étude socio-économique sur la méthodologie de traitement des MIDND afin d'évaluer la rentabilité économique de la ligne de traitement développée dans l'étude.

# Bibliographie

- [1] Union Nationale des Producteurs de Granulats UNPG. L'industrie française des granulats, 2015.
- [2] AMORCE. Etat des lieux de la gestion des mâchefers en france. Rapport technique DT 50, Octobre 2012.
- [3] Kim Crillesen, Jørgen Skaarup, and Kirsten Bojsen. Management of bottom and ash from wte and plants : An overview of management options and treatment methods. Technical report, Working Group on Thermal Treatment of Waste, ISWA, 2006.
- [4] A.M. Ministre de l'écologie du développement durable des transports et du logement. Arrêté ministériel du 18 novembre 2011 relatif au recyclage en technique routière des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux, 18 novembre 2011. Version consolidée au 24 août 2015, 8 pages.
- [5] Luca Bertolini, Maddalena Carsana, Davide Cassago, Alessandro Quadrio Curzio, and Mario Collepardi. Mswi ashes as mineral additions in concrete. *Cement and Concrete Research*, 34(10) :1899 – 1906, Oct 2004.
- [6] Lenka Muchova. *Wet physical separation of MSWI bottom ash*. PhD thesis, VBS Technical University Ostrava, Czech Republic, December 2010.
- [7] Bin Hu, Peter Rem, and Thijs van de Winckel. Fine heavy non-ferrous and precious metals recovery in bottom ash treatment. *In JMP Vieira, PJ Ramisio & ANI Silveira (Eds.), Turning waste into ideas*, pp. 1-8(Lisbon, Portugal : ISWA/APESB2009), 2009.
- [8] W. D. Vries, P.C. Rem, and P. Berkhout. Adr : A new method for dry classification. *In JMP Vieira, PJ Ramisio & ANI Silveira (Eds.), Turning waste into ideas*, (Lisbon, Portugal : ISWA/APESB2009) :pp.1–10, 2009.
- [9] Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie (ADEME). Chiffres-clés : Déchets. ADEME Editions 2014 80 pages, ADEME, 2014.
- [10] Gwénaëlle Bröns-Laot. *Evaluation environnementale de la valorisation de mâchefers d'incinération d'ordures ménagères en remplissage de carrière*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2002.
- [11] Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie (ADEME). Chiffres-clés : Déchets. ADEME Editions 2015 96 pages, ADEME, 2015.

- [12] Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Energie (ADEME). L'incinération des déchets ménagers et assimilés. Technical Report 6 pages, Décembre 2012.
- [13] (CEWEP) Confederation of European Waste-to Energy Plants, accessed on 22.09.2016.
- [14] Charles H. K. Lam, Alvin W. M. Ip, John Patrick Barford, and Gordon McKay. Use of incineration msw ash : A review. *Sustainability*, Vol 2, Iss 7, (2010)(ISSN 2071-1050) :Pp 1943–1968, 2010.
- [15] Frédéric Becquart. *Première approche du comportement mécanique d'un milieu granulaire issu d'un mâchefer d'incinération d'ordures ménagères : valorisation en technique routière*. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, Ecole des Mines de Douai - Département Génie Civil et Environnemental, mars 2007.
- [16] RECORD. Qualité et devenir des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux - etat des lieux et perspectives. Rapport technique 134 pages, n 13-0241 1A, Octobre 2015.
- [17] Ministère de l'Environnement Français. Circulaire dppr/sei/bpsied n ° 94-iv-1 du 09/05/94 relative à l'élimination des mâchefers d'incinération des résidus urbains, 9 Mai 1994. 16 pages.
- [18] Sonia Kaibouchi. *Mâchefers d'Incinération d'ordures Ménagères : Contribution à l'étude des mécanismes de stabilisation par carbonatation et influence de la collecte sélective*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004.
- [19] Eva Rendek, Gaëlle Ducom, and Patrick Germain. Influence of waste input and combustion technology on {MSWI} bottom ash quality. *Waste Management*, 27(10) :1403 – 1407, 2007. Wascon 2006 6th International Conference : Developments in the re-use of mineral waste.
- [20] SENAT. L'incinération. [http ://www.senat.fr/rap/o98-415/o98-41513.html](http://www.senat.fr/rap/o98-415/o98-41513.html), Consulté le 24 Février 2015. Rapports d'information.
- [21] ENSEEIHT. Etude d'implantation de filières de traitement des déchets en guadeloupe, Consulté 10 Février 2017. Rapport d'études.
- [22] Athanasios Bourtsalas. Review of wte ash utilization processes under development in northwest europe. Technical report, December 2012.
- [23] S. Arickx, T. Van Gerven, and C. Vandecasteele. Accelerated carbonation for treatment of {MSWI} bottom ash. *Journal of Hazardous Materials*, 137(1) :235 – 243, 2006.
- [24] P. Filipponi, A. Polettoni, R. Pomi, and P. Sirini. Physical and mechanical properties of cement-based products containing incineration bottom ash. *Waste Management*, 145-156(23) :12, 2003.
- [25] O. Ginés, J.M. Chimenos, A. Vizcarro, J. Formosa, and J.R. Rosell. Combined use of mswi bottom ash and fly ash as aggregate in concrete formulation : Environmental and mechanical considerations. *Journal of Hazardous Materials*, 169 :643–650, 2009.
- [26] Amer Ali Al-Rawas, Abdel Wahid Hago, Ramzi Taha, and Khalid Al-Kharousi. Use of incinerator ash as a replacement for cement and sand in cement mortars. *Building and Environment*, 40(9) :1261 – 1266, Sep 2005.
- [27] R. del Valle-Zermeño, J. Formosa, J.M. Chimenos, M. Martínez, and A.I. Fernández. Aggregate material formulated with {MSWI} bottom ash and {APC} fly ash for use as

- secondary building material. *Waste Management*, 33(3) :621 – 627, 2013. Special Thematic Issue : Urban Mining Urban Mining.
- [28] J. Pera, L. Coutaz, J. Ambroise, and M. Chababbet. Use of incinerator bottom ash in concrete. *Cement and Concrete Research*, 27(1) :1 – 5, 1997.
- [29] CEREMA. Gestion des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux. Application de l'arrêté ministériel du 18 novembre 2011 : bilan des pratiques, Direction territoriale Centre-Est Rapport d'enquête, Juillet 2014.
- [30] SETRA (Service d'études sur les transports les routes et leurs aménagements). *Acceptabilité environnementale de matériaux alternatifs en technique routière. Les mâchefers d'incinération de déchets non dangereux (MIDND)*. Direction générale de la prévention des risques (DGPR), du Ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie (MEDDE) and Centre d'études techniques de l'équipement de Lyon (CETE de Lyon), 110, rue de Paris - 77171 SOURDUN - France, 2012.
- [31] T. Van Gerven, D. Geysen, L. Stoffels, M. Jaspers, G. Wauters, and C. Vandecasteele. Management of incinerator residues in flanders (belgium) and in neighbouring countries. a comparison. *Waste Management*, 25(1) :75 – 87, 2005.
- [32] Thomas Astrup. Pretreatment and utilization of waste incineration bottom ashes : Danish experiences. *Waste Management*, 27(10) :1452 – 1457, 2007. Wascon 2006 6th International Conference : Developments in the re-use of mineral waste.
- [33] Xudong Chen, Yong Geng, and Tsuyoshi Fujita. An overview of municipal solid waste management in china. *Waste Management*, 30(4) :716 – 724, 2010.
- [34] Dong Qing Zhang, Soon Keat Tan, and Richard M. Gersberg. Municipal solid waste management in china : Status, problems and challenges. *Journal of Environmental Management*, 91(8) :1623 – 1633, 2010.
- [35] Efstratios Kalogirou. Waste-to-energy research and technology council, Assessed on 01.03.2017.
- [36] Jinwoo An, Jinyoung Kim, Behnam Golestani, Kazi M. Tasneem, Baig Abdullah Al Muhit, Boo Hyun Nam, and Amir H. Behzadan. Evaluating the use of waste-to-energy bottom ash as road construction materials. Technical report, Department of Civil, Environmental, and Construction Engineering - University of Central Florida, 4000 Central Florida Blvd. Orlando, FL 32816-2450, February 2014.
- [37] Andres Van Brecht and Alain Konings. Innovative and brief proven material recycling of mswi bottom ashes. In *2nd International Slag Valorization Symposium*, page 14, April 18-20 April 2011.
- [38] F. Andreola, L. Barbieri, A. Corradi, I. Lancellotti, and T. Manfredini. The possibility to recycle solid residues of the municipal waste incineration into a ceramic tile body. *Journal of materials science*, (4869-4873) :36p, 2001.
- [39] R. Forteza, M. Far, C. Seguí, and V. Cerda. Characterization of bottom ash in municipal solid waste incinerators for its use in road base. *Waste Management*, 24(9) :899–909, Janvier 2004.

- [40] G. Miquel and S. Poignant. Les techniques de recyclage et de valorisation des déchets ménagers et assimilés. Rapport technique, Rapport de l'Assemblée Nationale n ° 1693 et du Sénat n 415, Juin 1999.
- [41] AMORCE. Recueil d'exemples de chantiers ayant valorisé des mâchefers. Rapport technique Réf. AMORCE : DT65, Réf ADEME : 8481, 30 pages, ADEME, Décembre 2014.
- [42] Mines Douai Département Génie Civil & Environnemental. Etude de granulats de mâchefers améliorés & suivis mécanique et environnemental d'une route expérimentale à base de mâchefers améliorés. Rapport d'étude 30 pages, NEO ECO RECYCLING, Décembre 2014.
- [43] Emanuele Toraldo, Sabrina Saponaro, Alessandro Careghini, and Edoardo Mariani. Use of stabilized bottom ash for bound layers of road pavements. *Journal of Environmental Management*, 121 :117 – 123, 2013.
- [44] Franck NOULIN. Mâchefers : prendre la mesure des retards et des enjeux. déterminer le coût environnemental de la « valorisation » non réglementée d'un déchet. In *La Lettre Industrie - déchets*. 2008.
- [45] J.P.G.M. Schreurs, H.A. van der Sloot, and Ch. Hendriks. Verification of laboratory–field leaching behavior of coal fly ash and {MSWI} bottom ash as a road base material. *Waste Management*, 20(2–3) :193 – 201, 2000.
- [46] Mario Grosso, Laura Biganzoli, and Lucia Rigamonti. A quantitative estimate of potential aluminium recovery from incineration bottom ashes. *Resources, Conservation and Recycling*, 55(12) :1178 – 1184, 2011.
- [47] Frederic Becquart, Fabrice Bernard, Nor Edine Abriak, and Rachid Zentar. Monotonic aspects of the mechanical behaviour of bottom ash from municipal solid waste incineration and its potential use for road construction. *Waste Management*, 29(4) :1320 – 1329, 2009.
- [48] B. Juric, L. Hanzic, R. Ilic, and N amec. Utilization of municipal solid waste bottom ash and recycled aggregate in concrete. *Waste Management*, 26(12) :1436 – 1442, Jan 2006.
- [49] Tao Zhang and Zengzeng Zhao. Optimal use of mswi bottom ash in concrete. *International Journal of Concrete Structures and Materials*, 8(2) :173 – 182, May 2014.
- [50] Xiang-Guo Li, Yang Lv, Bao-Guo Ma, Quan-Bin Chen, Xiao-Bo Yin, and Shou-Wei Jian. Utilization of municipal solid waste incineration bottom ash in blended cement. *Journal of Cleaner Production*, 32 :96 – 100, 2012.
- [51] Monica Ferraris, Milena Salvo, Andrea Ventrella, Luigi Buzzi, and Massimo Veglia. Use of vitrified mswi bottom ashes for concrete production. *Waste Management*, 29(3) :1041 – 1047, Mar 2009.
- [52] P. Tang, M.V.A. Florea, P. Spiesz, and H.J.H. Brouwers. Application of thermally activated municipal solid waste incineration (mswi) bottom ash fines as binder substitute. *Cement and Concrete Composites*, 70 :194 – 205, 2016.
- [53] Sabrina Sorlini, Alessandro Abbà, and Carlo Collivignarelli. Recovery of {MSWI} and soil washing residues as concrete aggregates. *Waste Management*, 31(2) :289 – 297, 2011. Environmental Implications of Alternative Materials in Construction and Treatment of Waste.

- [54] CUR-Aanbeveling. Aec-granulaat als toeslag-material voor beton. CUR BOUN & INFRA, September 2012.
- [55] REMEX Mineralstoff GmbH. Agrégats pour béton. <http://www.granova.eu/fr.html>, Consulté le 15 Décembre 2014.
- [56] REMEX Mineralstoff GmbH. Opportunités pour les agrégats de mâchefers d’usine installation ordures ménagères. <http://www.granova.eu/>, 2014.
- [57] Nabajyoti Saikia, Gilles Mertens, Koenraad Van Balen, Jan Elsen, Tom Van Gerven, and Carlo Vandecasteele. Pre-treatment of municipal solid waste incineration (mswi) bottom ash for utilisation in cement mortar. *Construction and Building Materials*, 96 :76 – 85, 2015.
- [58] Rafat Siddique. Use of municipal solid waste ash in concrete. *Resources, Conservation and Recycling*, 55 :83–91, 2010.
- [59] Martin Keppert, Zbyšek Pavlík, Robert Černý, and Pavel Reiterman. Properties of concrete with municipal solid waste incinerator bottom ash. In *2012 IACSIT Coimbatore Conferences*, volume 28, page 5, Singapore, 2012.
- [60] B.M. Scories d’ordures incinérées comme granulat pour béton. *Bulletin du Ciment*, 55-57(7), Juillet 1986.
- [61] JQO-HWA TAY, CHAT-TIM TAM, and KEE-KEAN CHIN. Utilization of incinerator residue in concrete. *Comervation & Recycling*, 5(2/3) :107 – 112, 1982.
- [62] X.C. Qiao, B.R. Ng, M. Tyrer, C.S. Poon, and C.R. Cheeseman. Production of lightweight concrete using incinerator bottom ash. *Construction and Building Materials*, 22(4) :473 – 480, Apr 2008.
- [63] R. Cioffi, F. Colangelo, F. Montagnaro, and L. Santoro. Manufacture of artificial aggregate using mswi bottom ash. *Waste Management*, 31(2) :281 – 288, Feb 2011.
- [64] Ni-Bin Chang, H.P Wang, W.L Huang, and K.S Lin. The assessment of reuse potential for municipal solid waste and refuse-derived fuel incineration ashes. *Resources, Conservation and Recycling*, 25(3–4) :255 – 270, 1999.
- [65] Wen-Ten Kuo, Chih-Chien Liu, and De-Sin Su. Use of washed municipal solid waste incinerator bottom ash in pervious concrete. *Cement and Concrete Composites*, 37 :328 – 335, Mar 2013.
- [66] Peter Nielsen, Mieke Quaghebeur, Ben Laenen, Raymond Kumps, and Peter Van Bommel. The use of mswi-bottom ash as aggregate in concrete. limitations and possible solutions. In *Vision On Technology (WASCON)*, page 26. WASCON, June 2009.
- [67] Gert Van Wegen, Ulbert Hofstra, and John Spreerstra. *Upgraded MSWI Bottom ash as aggregate in concrete*. SGS INTRON, Consulté le 17 Février 2017.
- [68] L. Courard, R. Degeimbre, A. Darimont, A.-L. Laval, L. Dupont, and L. Bertrand. Utilisation des mâchefers d’incinération d’ordures ménagères dans la fabrication des pavés en béton. *Materials and Structures/ Matériaux et Constructions*, 35 :365–372, july 2002.
- [69] Nabajyoti Saikia, Geert Cornelis, Gilles Mertens, Jan Elsen, Koenraad Van Balen, Tom Van Gerven, and Carlo Vandecasteele. Assessment of pb-slag, {MSWI} bottom

- ash and boiler and fly ash for using as a fine aggregate in cement mortar. *Journal of Hazardous Materials*, 154(1 - 3) :766 – 777, 2008.
- [70] G Pecqueur, C Crignon, and B Qu  n  e. Behaviour of cement-treated {MSWI} bottom ash. *Waste Management*, 21(3) :229 – 233, 2001.
- [71] Urs M  ller and Katrin R  bner. The microstructure of concrete made with municipal waste incinerator bottom ash as an aggregate component. *Cement and Concrete Research*, 36(8) :1434–1443, Aug 2006.
- [72] Rachida Idir, Martin Cyr, and Arezki Tagnit-Hamou. Peut-on valoriser massivement le verre dans les b  tons ?   tude des propri  t  s des b  tons de verre. *Technologie Valorisation*, 16(5/6) :8 pages, D  cembre 2010.
- [73] Ahmad Shayan and Aimin Xu. Value-added utilisation of waste glass in concrete. *Cement and Concrete Research*, 34(1) :81 – 89, 2004.
- [74] R. Dupain and J.C. Saint-Arroman. *Granulats, sols, ciments et b  tons : Caract  risation des mat  riaux de g  nie civil par des essais au laboratoire*, volume 4 e   dition actualis  e. Ecole Fran  aise du B  ton, 2009.
- [75] CUR-Recommendation 89. Measures to prevent damage to concrete by alkali-silica reaction (asr). CUR Building & Infrastructure, (second, revised edition) 2003.
- [76] Pathologie : L’ettringite, Mars - Avril, accessed on 11.06.2017 2007.
- [77] L. Muchova and P.C. Rem. Wet and dry separation - management of bottom ash in europe. *Waste management world*, vol. 8((6)) :46–49, 2007.
- [78] REMEX Mineralstoff GmbH. Concevoir des environnements. <http://www.granova.eu/fr.html>, Consult   le 15 D  cembre 2014.
- [79] REMEX Mineralstoff GmbH. Incinerator bottom ash aggregate (ibaa) :opportunities and developments. page 28. REMEX, September 2014.
- [80] INASHCO. Ash recycling. <http://www.inashco.com/en/ash-recycling>, Accessed on 27.01.2015.
- [81] Waste Management World. Rising from the ashes. <http://www.waste-management-world.com/articles/print/volume-10/issue-6/features/rising-from-the-ashes.html>, Accessed on 20.01. 2015.
- [82] INASHCO. From ashes to metals. In *Confederation of European Waste-to-Energy Plants - EAA Seminar*, page 9 pages, 5th - 6th September 2011.
- [83] C. Vandecasteele, G. Wauters, S. Arickx, M. Jaspers, and T. Van Gerven. Integrated municipal solid waste treatment using a grate furnace incinerator : The indaver case. *Waste Management*, 27(10) :1366 – 1375, 2007. Wascon 2006 6th International Conference : Developments in the re-use of mineral waste.
- [84] HVC and Boskalis Dolman. Wet extraction of wte plant bottom ash., Accessed on April 2016 2016.
- [85] N. Fraunholcz, P.C. Rem, and P.A.C.M. Haeser. Dry magnus separation. *Minerals Engineering*, (15) :pp.45–51, 2002.

- [86] Laura Biganzoli. *Aluminium recovery from MSWI bottom ash*. PhD thesis, Politecnico Di Milano, Department of civil and environmental engineering, 2012.
- [87] S. Zhang, P.C. Rem, and E. Forsberg. The investigation of separability of particle smaller than 5 mm by eddy current separation technology. part i : rotating type eddy current separators. *Magnetic and Electrical Separation*, Vol. 9, :pp. 233–251, 1999.
- [88] Mihai Lungu and Peter Rem. Separation of small nonferrous particle using an inclined drum eddy-current separator with permanent magnets. *IEEE transactions on magnetics*, Vol. 38(no 3), May 2002.
- [89] Zhenzi Jing, Norihisa Matsuoka, Fangming Jin, Toshiyuki Hashida, and Nakamichi Yamasaki. Municipal incineration bottom ash treatment using hydrothermal solidification. *Waste Management*, 27(2) :287 – 293, 2007.
- [90] Zhenzi Jing, Xinwei Fan, Lei Zhou, Junjie Fan, Yi Zhang, Xiaohui Pan, and Emile Hideki Ishida. Hydrothermal solidification behavior of municipal solid waste incineration bottom ash without any additives. *Waste Management*, 33(5) :1182 – 1189, 2013.
- [91] BHS-Sonthofen. *BHS Treatment of slag and ash*. Manual, Transforming Materials into Value, 26 pp.
- [92] BHS-Sonthofen. Transforming materials into value. <http://www.bhs-sonthofen.de/fr.html>, Accessed on 03.02.2015.
- [93] BHS-Sonthofen. *Impacteur à rotor*. Transforming Materials into value, Accessed on 03.02.2015.
- [94] BHS-Sonthofen. Crushing technology. <http://www.bhs-sonthofen.de/en/products/crushing-technology.html>, Accessed on 27.09.2016.
- [95] STEINERT. Magnetic separation. <http://www.steinertglobal.com/de/en/products/magnetic-separation>, Accessed on 27.09.2016.
- [96] STEINERT. <http://www.steinertglobal.com/grp/en/news/details/more-profitability-in-fine-fractions/>, Accessed on 10.11 2015.
- [97] NF EN 196-1. Méthodes d’essais des ciments. partie 1 : Détermination des résistances, Septembre 2016.
- [98] NF EN 932-2. Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats - partie 2 : Méthode de réduction d’un échantillon de laboratoire, Août 1999.
- [99] NF EN 933-1. Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats. partie 1 : Détermination de la granularité - analyse granulométrique par tamisage, Mai 2012.
- [100] NF EN 933-6. Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - partie 6 : Evaluation des caractéristiques de surface - coefficient d’écoulement des granulats, Juin 2014.
- [101] GSM Italcementi Group. Aide-mémoire qualité des granulats, Mai 2009.
- [102] NF EN 1097-6. Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - partie 6 : Détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d’absorption d’eau, 4 Janvier 2014.



- [103] Kim Crillesen. Overview of management of mswi bottom ashes in europe. Technical report, International Solid Waste Association, 2006.
- [104] NF EN 1744-7. Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats - partie 7 : Détermination de la perte au feu des mâchefers d'incinération d'ordures ménagères, Avril 2012.
- [105] NF EN 15169. Caractérisation des déchets - détermination de la perte au feu des déchets, des boues et des sédiments, Mai 2007.
- [106] NF EN 13657. Caractérisation des déchets - digestion en vue de la détermination ultérieure de la part des éléments solubles dans l'eau régale contenus dans les déchets, Février 2003.
- [107] RECORD. Meilleures pratiques d'analyse de polluants ciblés dans des matrices solides complexes (déchets, sols et matériaux pollués). Rapport technique 03-0130/1A, Etude RECORD, 220 p, Novembre 2004.
- [108] NF EN 12457-2. Caractérisation des déchets. lixiviation - essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues. partie 2 : Essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm, Décembre 2002.
- [109] NF EN 197-1. Ciment. partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants, Avril 2012.
- [110] François de Larrard, François Bosc, Cyrille Cathérine, and Frédéric Deflorenne. La nouvelle méthode des coulis de l'afrem pour la formulation des bétons à hautes performances. *Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées*, 202(4012) :PP. 61–69, mars - avril 1996.
- [111] A. Schwartzentruber and C. Catherine. La méthode du mortier de béton équivalent (mbe) - un nouvel outil d'aide à la formulation des bétons adjuvantés. *Materials and structures*, 33(1359-5997) :pp 475–482, October 2000.
- [112] NF EN 1015-3. Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie. partie 3 : Détermination de la consistance du mortier frais (avec une table à secousses), Octobre 1999.
- [113] H. G. Midgley and P. Bhaskara Rao. Formation of stratlingite, in relation to the hydration of high alumina cement. *Cement and Concrete Research*, 8(2) :pp 169 – 172, 1978.
- [114] NF P 15-433. Méthodes d'essais des ciments - détermination du retrait et gonflement, Février 1994.
- [115] Chuanlin Hu and Zongjin Li. A review on the mechanical properties of cement-based materials measured by nanoindentation. *Construction and Building Materials*, 90 :80 – 90, 2015.
- [116] A.C. Fischer-Cripps. A simple phenomenological approach to nanoindentation creep. *Materials Science and Engineering : A*, 385(1) :74 – 82, 2004.
- [117] P. Nongning Kamta, A. Mejias, F. Roudet, G. Louis, M. Touzin, and D. Chicot. Indentation creep analysis of t22 and t91 chromium based steels. *Materials Science and Engineering : A*, 652 :315 – 324, 2016.
- [118] T. Saraswati, T. Sritharan, S. Mhaisalkar, C.D. Breach, and F. Wulff. Cyclic loading as an extended nanoindentation technique. *Materials Science and Engineering : A*, 423(1) :14 – 18, 2006. Mechanical Behaviour of Micro- and Nano-scale Systems.

- [119] Feby Jose, R. Ramaseshan, A.K. Balamurugan, S. Dash, A.K. Tyagi, and Baldev Raj. Continuous multi cycle nanoindentation studies on compositionally graded ti1-xalxn multilayer thin films. *Materials Science and Engineering : A*, 528(21) :6438 – 6444, 2011.
- [120] J. Lesage, M.H. Staia, D. Chicot, C. Godoy, and P.E.V. De Miranda. Effect of thermal treatments on adhesive properties of a nicr thermal sprayed coating. *Thin Solid Films*, 377 :681 – 686, 2000. International Conference on Metallurgic Coatings and Thin Films.
- [121] Karine Velez, Sandrine Maximilien, Denis Damidot, Gilbert Fantozzi, and Francois Sorrentino. Determination by nanoindentation of elastic modulus and hardness of pure constituents of portland cement clinker. *Cement and Concrete Research*, 31(4) :555 – 561, 2001.
- [122] D. Davydov, M. Jirasek, and L. Kopecky. Critical aspects of nano-indentation technique in application to hardened cement paste. *Cement and Concrete Research*, 41(1) :20 – 29, 2011.
- [123] Chuanlin Hu, Yueyi Gao, Yamei Zhang, and Zongjin Li. Statistical nanoindentation technique in application to hardened cement pastes : Influences of material microstructure and analysis method. *Construction and Building Materials*, 113 :306 – 316, 2016.
- [124] John J. Hughes and Pavel Trtik. Micro-mechanical properties of cement paste measured by depth-sensing nanoindentation : a preliminary correlation of physical properties with phase type. *Materials Characterization*, 53(2) :223 – 231, 2004. EMABM 2003 : 9th Euroseminar on Microscopy Applied to Building Materials.
- [125] Chuanlin Hu and Zongjin Li. Property investigation of individual phases in cementitious composites containing silica fume and fly ash. *Cement and Concrete Composites*, 57 :17 – 26, 2015.
- [126] Chuanlin Hu. Microstructure and mechanical properties of fly ash blended cement pastes. *Construction and Building Materials*, 73 :618 – 625, 2014.
- [127] P.G. Allison, R.D. Moser, C.A. Weiss, P.G. Malone, and S.W. Morefield. Nanomechanical and chemical characterization of the interface between concrete, glass-ceramic bonding enamel and reinforcing steel. *Construction and Building Materials*, 37 :638 – 644, 2012. Non Destructive Techniques for Assessment of Concrete.
- [128] Thang Le. *Influence de l'humidité des granulats de béton recyclé sur le comportement à l'état frais et durcissant des mortiers*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Douai - Université de Lille 1, Décembre 2015.
- [129] Jean-Louis Granju. *Modélisation des pâtes de ciment durcies : Caractérisation de l'état d'hydratation, lois d'évolution de la résistance en compression et du module de déformation longitudinale*. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier de Toulouse, 1987.
- [130] Ghaile Ben Ghorbal. *Caractérisation mécanique de céramiques poreuses sous forme massive et de revêtement par indentation instrumentée Knoop*. Thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, Juillet 2017.
- [131] Christopher A. Jones and Zachary C. Grasley. Short-term creep of cement paste during nanoindentation. *Cement and Concrete Composites*, 33(1) :12 – 18, 2011.

- [132] D. Chicot, P. de Baets, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, G. Louis, Y. Perez Delgado, and J. Vleugels. Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a tib2-60b4c ceramic composite. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 38 :102 – 110, 2013.
- [133] Michel Troyon and Liye Huang. Correction factor for contact area in nanoindentation measurements. *Journal of materials research*, 20(03), Mars 2005.
- [134] Johnny Angel Mendoza Delgado. *Détermination des propriétés mécaniques et des lois de comportement en fluage par indentation instrumentée*. Thèse de doctorat, Université des Sciences et technologie de Lille, Novembre 2009.
- [135] W.C. Oliver and G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6) :1564–1583, 1992.
- [136] J.L. Loubet, M. Bauer, A. Tonck, S. Bec, and B. Gauthier-Manuel. Nanoindentation with a surface force apparatus. *Mechanical Properties and deformation Behavior of Materials Having Ultra Fine Microstructures*, Springer, pages 429–447, 1993.
- [137] A.E. Giannakopoulos and S. Suresh. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scripta Materialia*, 40(10) :1191 – 1198, 1999.
- [138] M. Yetna Njock, D. Chicot, J.M. Ndjaka, J. Lesage, X. Decoopman, F. Roudet, and A. Mejias. A criterion to identify sinking-in and piling-up in indentation of materials. *International Journal of Mechanical Sciences*, 90 :145 – 150, 2015.
- [139] C.-J. Haecker, E.J. Garboczi, J.W. Bullard, R.B. Bohn, Z. Sun, S.P. Shah, and T. Voigt. Modeling the linear elastic properties of portland cement paste. *Cement and Concrete Research*, 35(10) :1948 – 1960, 2005.
- [140] Julien Sanahuja, Luc Dormieux, and Gilles Chanvillard. Modelling elasticity of a hydrating cement paste. *Cement and Concrete Research*, 37(10) :1427 – 1439, 2007.
- [141] Deyu Kong, Xiangfei Du, Su Wei, Hua Zhang, Yang Yang, and Surendra P. Shah. Influence of nano-silica agglomeration on microstructure and properties of the hardened cement-based materials. *Construction and Building Materials*, 37 :707 – 715, 2012. Non Destructive Techniques for Assessment of Concrete.
- [142] Pawel Niewiadomski, Damian Stefaniuk, and Jerzy Hola. Microstructural analysis of self-compacting concrete modified with the addition of nanoparticles. *Procedia Engineering*, 172 :776 – 783, 2017. Modern Building Materials, Structures and Techniques.
- [143] L.P. Singh, S.R. Karade, S.K. Bhattacharyya, M.M. Yousuf, and S. Ahalawat. Beneficial role of nanosilica in cement based materials - a review. *Construction and Building Materials*, 47 :1069 – 1077, 2013.
- [144] Hui Li, Hui gang Xiao, Jie Yuan, and Jinping Ou. Microstructure of cement mortar with nano-particles. *Composites Part B : Engineering*, 35(2) :185 – 189, 2004. Nanocomposites.
- [145] Ali Nazari and Shadi Riahi. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles in concrete and different curing media. *Energy and Buildings*, 43(6) :1480 – 1488, 2011.

- [146] Byung-Wan Jo, Chang-Hyun Kim, Ghi ho Tae, and Jong-Bin Park. Characteristics of cement mortar with nano-sio2 particles. *Construction and Building Materials*, 21(6) :1351 – 1355, 2007.
- [147] Madhuwanthi Rupasinghe, Priyan Mendis, Tuan Ngo, Tuan Ngoc Nguyen, and Massoud Sofi. Compressive strength prediction of nano-silica incorporated cement systems based on a multiscale approach. *Materials & Design*, 115 :379 – 392, 2017.
- [148] Madhuwanthi Rupasinghe, Rackel San Nicolas, Priyan Mendis, Massoud Sofi, and Tuan Ngo. Investigation of strength and hydration characteristics in nano-silica incorporated cement paste. *Cement and Concrete Composites*, 80 :17 – 30, 2017.
- [149] Vahid Zanjani Zadeh and Christopher P. Bobko. Nanoscale mechanical properties of concrete containing blast furnace slag and fly ash before and after thermal damage. *Cement and Concrete Composites*, 37 :215 – 221, 2013.
- [150] I. Zyganitidis, M. Stefanidou, N. Kalfagiannis, and S. Logothetidis. Nanomechanical characterization of cement-based pastes enriched with sio2 nanoparticles. *Materials Science and Engineering : B*, 176(19) :1580 – 1584, 2011. 7th International Conference on Nanosciences and Nanotechnologies (NN10).



Annexe **A**

Répartition des UIOM et IME en France

Région	Nombre d'installation de traitement thermique de déchets		Nombre d'installation de maturation et d'élaboration des mâchefers	
	Existante	Ayant répondu	Existante	Ayant répondu
ALSACE	4	4	3	3
AQUITAINE	9	5	3	1
AUVERGNE	1	1	1	1
BASSE-NORMANDIE	1	1	3	0
BOURGOGNE	3	3	3	2
BRETAGNE	11	7	4	3
CENTRE	10	7	3	2
CHAMPAGNE ARDENNES	3	1	3	1
FRANCHE-COMTE	6	1	5	1
HAUTE NORMANDIE	3	0	1	0
ILE DE FRANCE	20	20	7	7
LANGUEDOC-ROUSSILLON	4	4	3	3
LIMOUSIN	3	0	2	0
LORRAINE	4	4	4	2
MIDI-PYRENEES	3	3	3	3
NORD PAS DE CALAIS	8	8	4	1
PAYS DE LA LOIRE	6	2	2	2
PICARDIE	1	1	1	0
POITOU-CHARENTES	7	6	4	4
PROVENCE-ALPES COTE D'AZUR	5	4	3	1
RHONE-ALPES	15	9	9	4
<b>TOTAL</b>	<b>127</b>	<b>91</b>	<b>71</b>	<b>41</b>

# Annexe **B**

## Fiche technique de produit mâchefer amélioré

### B.1 Fiche technique produit Granova



AEC-Granulat 0-11.2 mm Gesteinskörnungen für Beton nach DIN-EN 12620 und CUR Empfehlung 116



**Produktionsstelle: Heros Sluiskil B.V.**

Oostkade 5  
4541 HH SLUISKIL (NL)  
Telefon: 0115-471258  
Fax: 0115-472775  
e-Mail Adresse: info@heros.nl



Abschnitt	Eigenschaft	Kategorie
4.2	Korngruppe	0/11.2 mm
4.3.	Korngröße Kategorie	All-in G <sub>A90</sub> siehe ebenfalls Anhang
4.4	Kornform von groben Gesteinskörnungen	
	- Plattigkeitskennzahl	F <sub>I15</sub>
	- Kornformkennzahl	S <sub>I</sub> NR
4.5	Muschelschalengehalt	SC <sub>NR</sub>
4.6	Gehalt an Feinanteilen	f <sub>7</sub>
4.7	Beurteilung von Feinanteilen	B- nicht schädlich
	Methylenblau Wert 0/2 mm MBT	0,1 g/kg
5.2	- Widerstand gegen Zertrümmerung	LA <sub>40</sub>
	- Widerstand gegen Schlagzertrümmerung	SZ <sub>NR</sub>
5.3	Widerstand gegen Verschleiß	M <sub>DE</sub> NR
5.4.1	Widerstand gegen Polieren und Abrieb	PSV <sub>NR</sub>
5.4.2	Widerstand gegen Oberflächenabrieb	AAV <sub>NR</sub>
5.4.3	Widerstand gegen Abrieb durch Spike-reifen	A <sub>N</sub> NR
5.5	- Kornrohddichte (Rho rd)	2,1-2,2 Mg/m <sup>3</sup>
	- Wasseraufnahme 24 Stunden	WA <sub>24</sub> 9-11 %
5.6	Schüttdichte	1,11 Mg/m <sup>3</sup>
5.7.1	Frost- und Tauwiderstand	F <sub>NR</sub> / MS <sub>NR</sub>
5.7.2	Raubeständigkeit – Schwinden infolge Austrocknen	NPD
5.7.3	Alkali-Kieselsäure-Reaktivität	Potentiell ASR-reaktive
6.2	Wasserlöslichen Chloride-Ionen	0.214 % m/m
6.3.1	Säurelösliches Sulfat (SO <sub>3</sub> )	AS <sub>1,1</sub>
6.3.2	Gesamt Schwefel	S <sub>1</sub>
6.4.1	Bestandteile, die das Erstarrungs- und Erhärtungsverhalten des Betons verändern	A <sub>40</sub>

**Weitere Information**

AEC granulat ist MV-Bodenasche dass durch zusätzliche Bearbeitung hergestellt ist für die Anwendung als Gesteinskörnung in Beton. Diese zusätzliche Bearbeitung umfasst sieben, enteisen und die Trennung von NE.

Emission anorganischer Komponenten	Entspricht die Anforderungen aus Anhang A, Tabelle 1 der Regelung Bodenqualität als ein IBC-Baustoff.
Gehalt an organischen Komponenten	Entspricht die Anforderungen aus Anhang A, Tabelle 2 der Regelung-Bodenqualität
Eural:	Nicht gefährlicher Abfall; Euralcode 19 01 12
Alkaligehalt (Na <sub>2</sub> O-eq)	0,42 % m/m
Gehalt metallischer Al + Zn	0,56 % m/m
Glühverlust	3.62 % m/m

Wegen des erhöhten Anteils an Alkali der Gesteinskörnung muss man sicherstellen dass der Alkaligehalt der Betonmischung die Anforderungen der CUR Empfehlung 89 entspricht. Wegen der erhöhten Wert an säurelöslichen Sulfats soll der Produzent der Betonmischung ein Sulfat beständiger Zement benutzen.

**EU Konformitätserklärung**

Unterzeichnet in Auftrag von Heros Sluiskil B.V., in Sluiskil, erklärt dass in diesem Produktspezifikationsblatt genannte AEC-Granulat der Aufbereitungsanlage an der Oostkade 5 in Sluiskil aufgrund der Bauprodukt Richtlinie (89/106/EEG), die Anforderungen der Annex ZA der DIN-EN 12620 entspricht in dem die Verwendung gemäß die in diesem Produktspezifikationsblatt genannte Bedingungen angehalten werden.

Datum: 16. April 2013

Name: Herr. P.E.C. Aerts

Tätigkeit: Teamleiter Backoffice

Signatur: 

## AEC-Granulat 0-11.2 mm Gesteinskörnungen für Beton nach DIN-EN 12620 und CUR Empfehlung 116



HEROS SLUISKIL

**Produktionsstelle: Heros Sluiskil B.V.**

Oostkade 5

4541 HH SLUISKIL (NL)

Telefon: 0115-471258

Fax: 0115-472775

e-Mail Adresse: info@heros.nl



Abschnitt Thema Gesteinskörnung

4.3. Kornverteilung

Siebsatz (mm)	Grenzwerte für rückstand nach NEN-EN 12620			90% der Ergebnisse entspricht die folgenden Grenzwerte
	Allgemein	Durchschnitt	Vergleich zum Durchschnitt	
32		100		100-100
22.4	100	100		100-100
16	98-100	100		100-100
14		100		100-100
12.5		100		99-100
11.2	90-99	98	93-100	97-99
10		95		94-97
8		86		82-88
6.3		75		70-80
5.6	50-90	68	48-88	63-75
5		62		53-68
4		52		43-59
2	20-60	28		23-34
1		16		13-19
0.5		12		10-14
0.25		9		7-10
0.125		6		5-8
Fines	10 max	4,8	0-9,8	3,3-6,1

## EU Konformitätserklärung

Unterzeichnet in Auftrag von Heros Sluiskil B.V., in Sluiskil, erklärt dass in diesem Produktspezifikationsblatt genannte AEC-Granulat der Aufbereitungsanlage an der Oostkade 5 in Sluiskil aufgrund der Bauprodukt Richtlinie (89/106/EEG), die Anforderungen der Annex ZA der DIN-EN 12620 entspricht in dem die Verwendung gemäß die in diesem Produktspezifikationsblatt genannte Bedingungen angehalten werden.

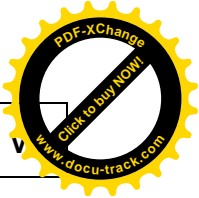
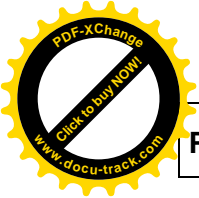
Datum: 16. April 2013

Name: Herr. P.E.C. Aerts

Tätigkeit: Teamleiter Backoffice

Signatur:

## **B.2 Fiche technique produit Inashco**



### Incinerator Bottom Ash Aggregate 0/11

Complies to NEN-EN 12620 and (draft) CUR-Recommendation XX (Bewerkte AVI-bodemas als toeslagmateriaal in beton / Processed Incinerator Bottom Ash as Aggregate for Concrete).



**Heros / Inashco**  
  
**Oostkade 5**  
**4541 HH Sluiskil**



**EN 12620**

4.3 Grading

Sieve size according to ISO 565:1990 R 20	Limits and tolerances (percentage passing by mass) conform EN 12620			90% of the analysis meet the limiting values for the percentage passing by mass:
	General	Average	Limiting value to Average	
11,2	90-99	99		99
8		95		93-97
5,6	50-90	78		65-85
4		60		
2	20-60	44		30-55
1		20		
0,5		9		
0,25		7		

EN 12620	CUR		EN 12620	CUR XX
4.3		Category	G <sub>A</sub> 90	
5.5	3.2	Particle density	>2000 kg/m <sup>3</sup>	>2000 kg/m <sup>3</sup>
5.5	3.2	Water absorption	ca 10%(m/m)	
5.7.3		Durability against alkali-silica reactivity	NPD	
6.2	3.2	Chlorides		< 0,25 %(m/m)
6.3.1	3.2	Acid soluble sulphates	AS <sub>Declared</sub>	≤1,5%(m/m)
6.4.1	3.2	Constituents which alter the rate of setting and hardening of concrete		Complies (<120min.)
	3.2	Alkali-content (Na <sub>2</sub> O-eq)		≤0,2%(m/m)
	3.2	Amount of metallic Al+Zn		≤1% (m/m)
	3.2	Loss on ignition		≤5%(m/m)

**Additional information**

Eural

Not containing dangerous substances: Euralcode 19 01 12

**Declaration**

The undersigned declare, on behalf of **Inashco B.V.**: Boezembocht 23, 3034 KA Rotterdam and **Heros B.V.**, Oostkade 5, 4541 HH Sluiskil that the above specified aggregate, produced on the location Sluiskil, meets the requirements in EN 12620 for the properties mentioned in table ZA.1a in Annex ZA - EN 12620 and the requirements in (draft) CUR-Recommendation XX (Bewerkte AVI-bodemas als toeslagmateriaal in beton / Processed Incinerator Bottom Ash as Aggregate for Concrete), as mentioned in table 3.2. for applications in unreinforced concrete.

\*) It is to be expected that this CUR-Recommendation will be published in Q-4 -2011.

Rotterdam, Sluiskil May 27, 2011

Ir. A. La Haye - Managing director, Inashco B.V.

mr. Ing. A.Bode, - Managing director, Heros B.V.

Annexe **C**

Fiche technique produit sable 0/4 mm

Carrières Boulonnais

# Fiche Technique Produit



**SABLE sec 0/4 mm à 12% de fines (SS1204)**

Référence normative	NF P 18-545, article 10 Code : A sauf teneur en fines code B
Lieu de production	FERQUES
Site de production	CARRIERES DU BOULONNAIS
Nature Pétrographique	Calcaire viséen dur compact
Utilisation	Granulats pour bétons hydrauliques

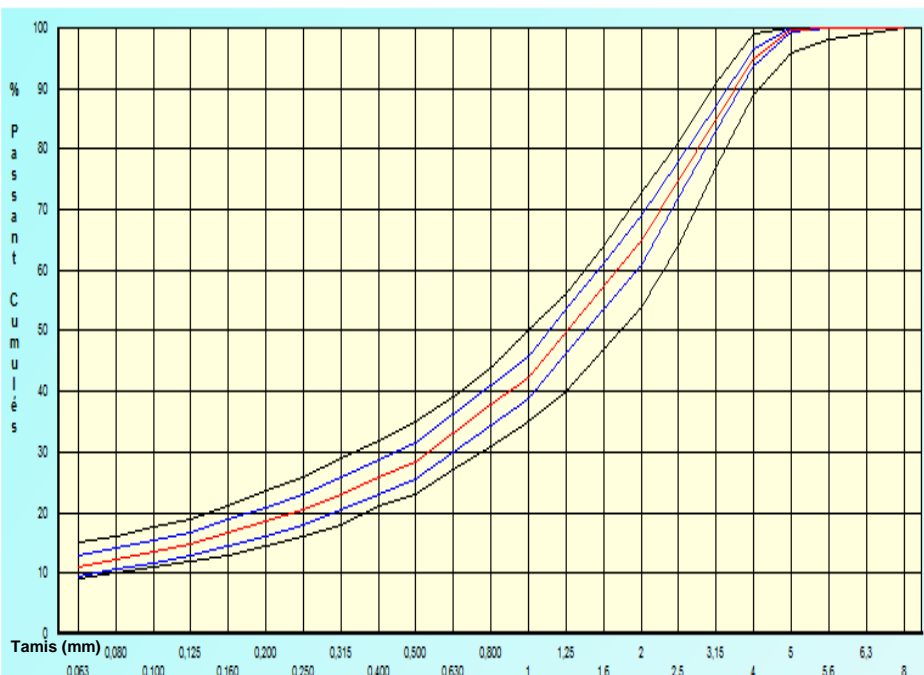
**Spécifications contractuelles :** Engagement producteur du 28/05/15 au 28/11/15

	2D	1.4D	D	1	0.25	f	FM	MB
Tamis (mm)	8	5,6	4	1	0,250	0,063		
Vss			99.0	50.0	26.0	15.0	3.60	1.50
Vsi	100.0	98.0	89.0	35.0	16.0	9.0	3.00	
Vss + U			100.0	54.0	30.0	17.0	3.75	2.00
Vsi - U		97.0	87.0	31.0	12.0	7.0	2.85	
Sf max				4.54	3.03		0.182	

**Résultats :** Granularité et propreté : Période du 28/11/14 au 28/05/15 (6 mois)  
Autres caractéristiques : Période du 28/11/14 au 28/05/15 (6 mois)

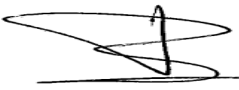
	2D	1.4D	D	1	0.25	f	FM	MB
Tamis (mm)	8	5,6	4	1	0,250	0,063		
maxi			97.0	48.0	24.6	14.1	3.56	1.62
Xf+1,25 Sf			96.6	45.8	22.9	12.8	3.49	1.00
moyenne Xf	<b>100.0</b>	<b>100.0</b>	<b>95.2</b>	<b>42.3</b>	<b>20.4</b>	<b>11.1</b>	<b>3.34</b>	<b>0.62</b>
Xf - 1,25 Sf	100.0	100.0	93.8	38.9	17.9	9.4	3.19	
mini	100.0	100.0	92.0	38.2	16.2	9.1	3.12	
Ecart type Sf	0.00	0.00	1.13	2.79	2.02	1.35	0.120	0.300
nb. valeurs	45	45	45	45	45	45	45	45

**Fuseau de régularité**  **de fabrication**  **Moyenne de fabrication** 



Autres Caractéristiques

	Valeur	Dernier Essai
MVR	2,66 t/m3	19/01/15
WA24	0,53 %	19/01/15
Na2O équ.	23,3mg/kg	19/01/15
S total	0.08 %	02/02/15
Cl-	0,0007%	24/01/14
PO	négatif	06/01/15
ImP	néant	18/05/15
AR	NR	02/02/15
SO3	<0.04%	02/02/15

Date et visa du responsable contrôle qualité  
28/05/15   
Fiche n° : 1463

Annexe **D**

## Fiche technique ciment

### D.1 Fiche technique des ciments utilisés CEM I et CEM III









France

# FICHE TECHNIQUE

Fabriqué à LUMBRES

Mise à jour du 04/12/2015

## Ciment Portland

NF EN 197-1/A1 CEM I 52,5 N 01/06/2001

N° de certificat : 0333-CPR-2701

CE+NF CEM I 52,5 N CE CP2 NF 05/02/1998

NF P15-318 Ciments à teneur en sulfures limitée pour béton précontraint CP2

Disponibilités : Sac, Vrac Origine du clinker : Lumbres

### COMPOSITION DÉCLARÉE (en %)

Constituant		Régulateur de prise	
Clinker (K) . . . . .	97	Gypse . . . . .	5,0
Laitier de haut-fourneau (S) . . . . .	-	Anhydrite . . . . .	-
Schiste calciné (T) . . . . .	-	Autre sulfate de calcium . . . . .	-
Sulfate de calcium (Cs) . . . . .	-		
Pouzzolanes naturelles (P) . . . . .	-		
Cendres volantes siliceuses (V) . . . . .	-	<b>Additif</b>	
Cendres volantes calciques (W) . . . . .	-	Agent de mouture CXN2	0,06
Calcaires (L ou LL) . . . . .	-	Sulfate ferreux -	0,25
Constituants secondaires . . . . .	3		

### RESISTANCES A LA COMPRESSION (en MPa)

1 jour . . . . . **24** 2 jours . . . . . **37** 7 jours . . . . . - 28 jours . . . . . **61**

### CARACTÉRISATION PHYSIQUE

Sur poudre		Sur pâte pure		Sur mortier	
Masse volumique (en g/cm <sup>3</sup> ) . . . . .	3,09	Besoin en eau (en %) . . . . .	30	Chal. hydr. 4lh (en J/g) . . . . .	-
Surface massique (en cm <sup>2</sup> /g) . . . . .	4600	Stabilité (en mm) . . . . .	0,3		
Indice de clarté . . . . .	66,5	Début de prise (en min) . . . . .	150		

### CARACTÉRISATION CHIMIQUE (en %)

PAF	INS	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	S <sup>-</sup>	Cl <sup>-</sup>	CO <sub>2</sub>	CaO <sub>libre</sub>	Na <sub>2</sub> O éq actif
2,0	0,5	20,1	5,1	3,2	64,2	0,8	3,0	0,77	0,24	0,01	0,07	1,1	1,5	0,75

Composition potentielle du clinker : C3A 8,7 C3S 62 C4AF 10,5



La reproduction partielle ou intégrale de ce document est interdite sans accord préalable de notre part. Les résultats faisant l'objet du présent document sont basés sur des valeurs moyennes et sont donnés à titre purement indicatif. Etant susceptibles de varier dans les limites autorisées par les normes correspondantes, ils ne sauraient engager la responsabilité d'Eqiom.

Annexe **E**

Fiche technique superplastifiant

# MasterGlenium SKY 537

(Anciennement GLENIUM SKY 537)



EN 934.2

Marque NF  
cf. Rp NF 085

## Superplastifiant haut réducteur d'eau pour béton à faible E/C, hautes performances et long maintien d'ouvrabilité.

### Description

Le MasterGlenium SKY 537 est un adjuvant non chloré d'une nouvelle génération chimique à base d'éther polycarboxylique modifié. Cet adjuvant a été développé pour l'utilisation dans l'industrie du béton où haute qualité, durabilité, performance et ouvrabilité sont requises.

### La nouvelle chimie du MasterGlenium

Le MasterGlenium se différencie des superplastifiants traditionnels par son action nouvelle et originale qui améliore de façon très significative le pouvoir dispersant sur le ciment. Cette structure chimique nouvelle et originale agit sur le grain de ciment par répulsion électrostatique et effet stérique, c'est à dire en créant un obstacle physique au rapprochement des particules de ciment. L'état dispersé est ainsi amélioré.

De plus, cette réaction est la combinaison de deux actions successives. Dès l'incorporation du MasterGlenium dans le mélange cimentaire, une première partie active agit immédiatement et la seconde est présente mais inactive.

L'hydratation du ciment, qui se déroule normalement, fait évoluer le pH du mélange vers la basicité, ce qui provoque la libération progressive des molécules complémentaires.

Celles-ci travaillent de la même manière que les premières et prolongent donc l'état de dispersion évitant ainsi la floculation et donc le raidissement précoce du mélange.

### Particularités du MasterGlenium SKY 537

Le MasterGlenium SKY 537 permet de diminuer sensiblement la viscosité des bétons caractérisée par des quantités de fines importantes et/ou des rapports eau/ciment bas.

### Domaines d'application

Le MasterGlenium SKY 537 est particulièrement recommandé pour l'élaboration de béton nécessitant un long maintien d'ouvrabilité et des performances mécaniques initiales élevées.

Le MasterGlenium SKY 537 est donc adapté à l'industrie du béton prêt-à-l'emploi et aux chantiers de Génie Civil.

### Propriétés

L'excellent effet de dispersion du MasterGlenium SKY 537 permet de conserver une maniabilité très plastique ou fluide pendant plus de 1 heure 30 avec un faible rapport eau/ciment et sans effet de retard de prise.

Le MasterGlenium SKY 537 apporte les avantages suivants au niveau de la mise en place, des performances et de la qualité intrinsèque du béton :

#### améliore

- La résistance à la compression à jeune âge et à long terme
- La résistance à la flexion à jeune âge et à long terme
- Le module d'élasticité
- L'adhérence sur les aciers
- La résistance à la carbonatation
- L'imperméabilité
- La résistance aux agressions atmosphériques
- La qualité des parements et de la texture du béton

#### diminue

- La viscosité
- La vibration
- Le retrait
- Le risque de fissuration
- Le fluage

### Mode d'emploi

Le MasterGlenium SKY 537 est un adjuvant pour béton qui doit être incorporé isolément. L'effet optimal est obtenu par incorporation du MasterGlenium SKY 537 dans le béton en différé, c'est-à-dire après l'addition de 70 % de l'eau de gâchage dans le malaxeur.

Toutefois, il est possible d'incorporer le MasterGlenium SKY 537 dans l'eau de gâchage.

Eviter d'ajouter le MasterGlenium SKY 537 sur les granulats.

### Compatibilité

Consultez votre Agent local BASF France - Division Construction Chemicals.

# MasterGlenium SKY 537

(Anciennement GLENIUM SKY 537)



EN 934.2

Marque NF  
cf. Rp NF 085

**Superplastifiant haut réducteur d'eau pour béton à faible E/C, hautes performances et long maintien d'ouvrabilité.**

## Dosage

### Plage normale d'utilisation :

0,2 à 3,0 % du poids du ciment, soit 0,19 à 2,86 L pour 100 kg de ciment.

Pour d'autres utilisations, consultez votre Agent local BASF France - Division Construction Chemicals.

## Précautions d'emploi

Le MasterGlenium SKY 537 ne contient aucune substance exigeant un label particulier.

## Caractéristiques

Aspect	liquide
Couleur	brun
Masse volumique à + 20° C	1,05 ± 0,02 g/cm <sup>3</sup>
pH	6,0 ± 2,0
Teneur en chlorures	< 0,1 %
Extrait sec	19.9 % ± 2,0
Na <sub>2</sub> O eq	≤ 2 %
Transport	non classé
Etiquetage	pas de symbole exigé

## Stockage

Durée de vie	Le MasterGlenium SKY 537 a une durée de vie de 12 mois.
Stockage	Stocker le MasterGlenium SKY 537 dans des conditions de températures supérieures à + 5°C.
Conditionnement	Container de 1000 L, fût de 210 L, bidon de 10 L ou vrac.

BASF France SAS - Division Construction Chemicals a couvert sa responsabilité civile tant en exploitation qu'après livraison de ses produits par une police d'assurance souscrite auprès de la Compagnie HDI Gerling France. Les garanties de cette police sont complétées par la police "parapluie" responsabilité civile du Groupe souscrite auprès de la société d'assurances HDI Gerling Allemagne.

### BASF France SAS - Division Construction Chemicals

Z.I. Petite Montagne Sud - 10, Rue des Cévennes - Lisses - 91017 Evry Cedex  
Tél. : 01 69 47 50 00 Fax : 01 60 86 06 32 www.master-builders-solutions.basf.com

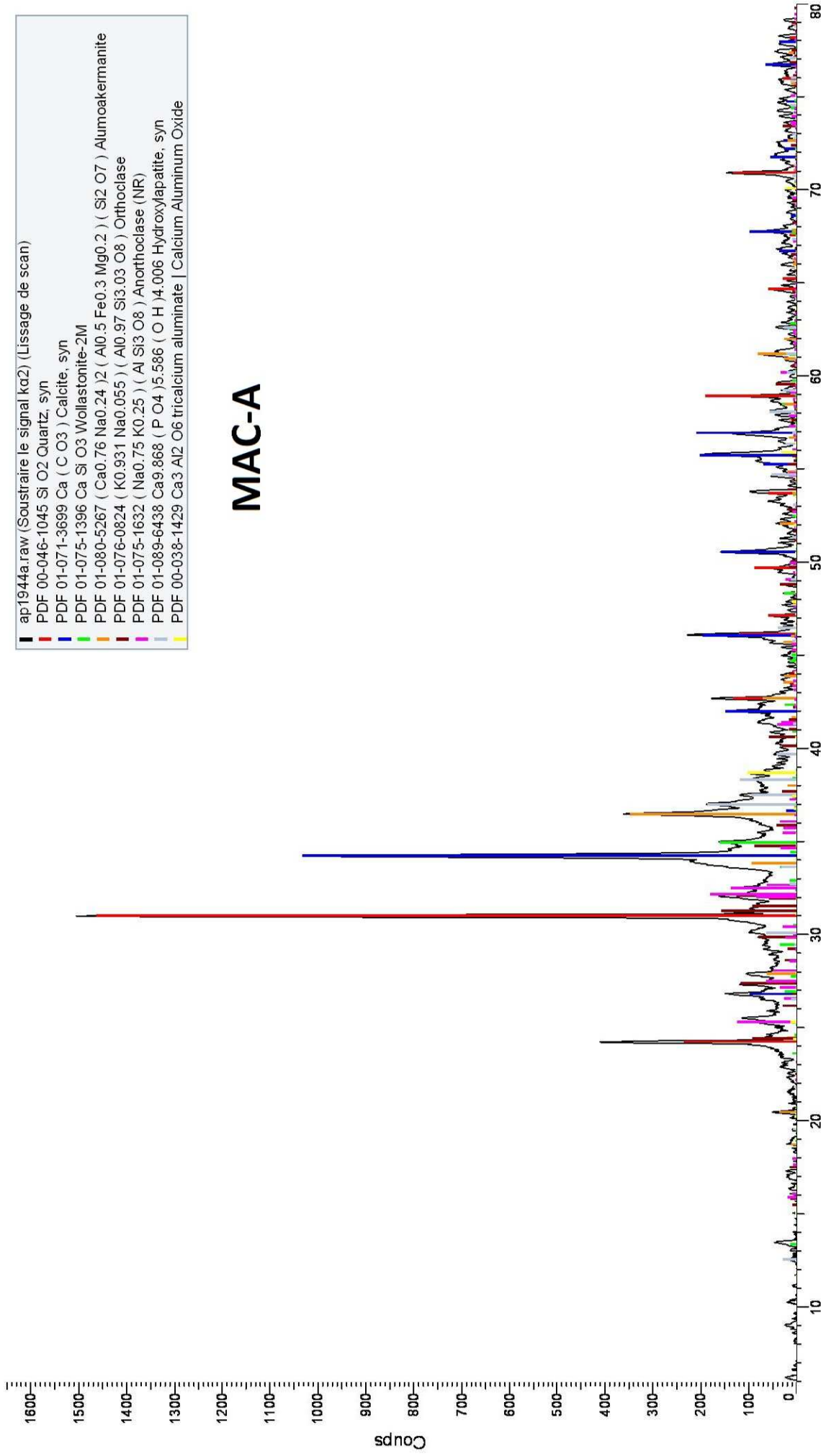
*Nos fiches techniques ont pour objectif de vous conseiller d'après nos connaissances les plus récentes, nous nous réservons donc le droit de modifier à tout moment le contenu de celles-ci.*

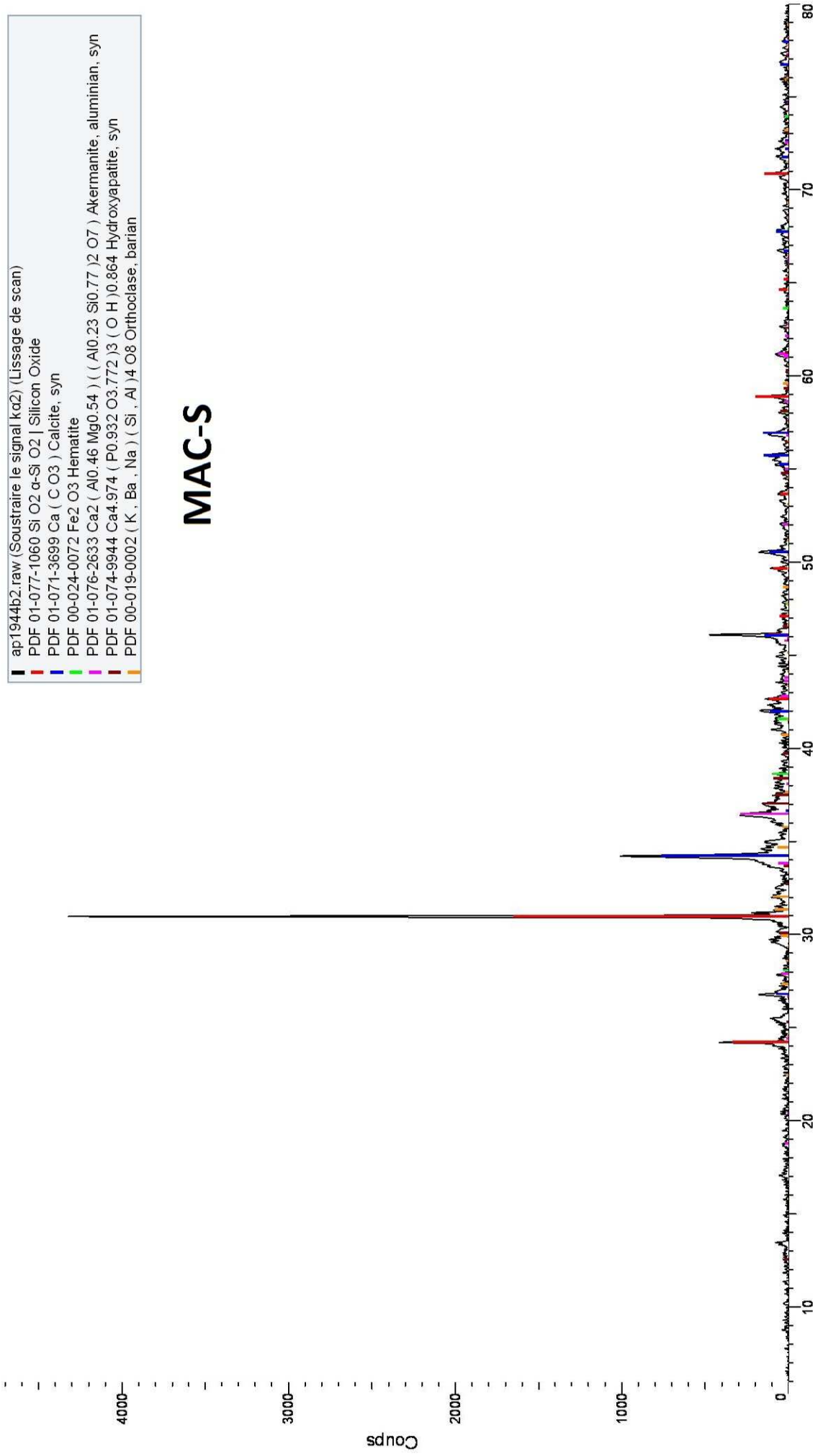
*L'emploi des produits doit être adapté aux conditions spécifiques à chaque situation. Pour toute précision complémentaire, nous vous conseillons de prendre contact avec l'une de nos agences BASF France SAS - Division Construction France.*

*Conformément à la réglementation en vigueur, nos Fiches de Données de Sécurité (FDS) sont transmises automatiquement (par courrier postal ou électronique) aux clients livrés. En dehors de cette situation, contacter votre chargé de Clientèle pour tout autre besoin de FDS.*

Annexe **F**

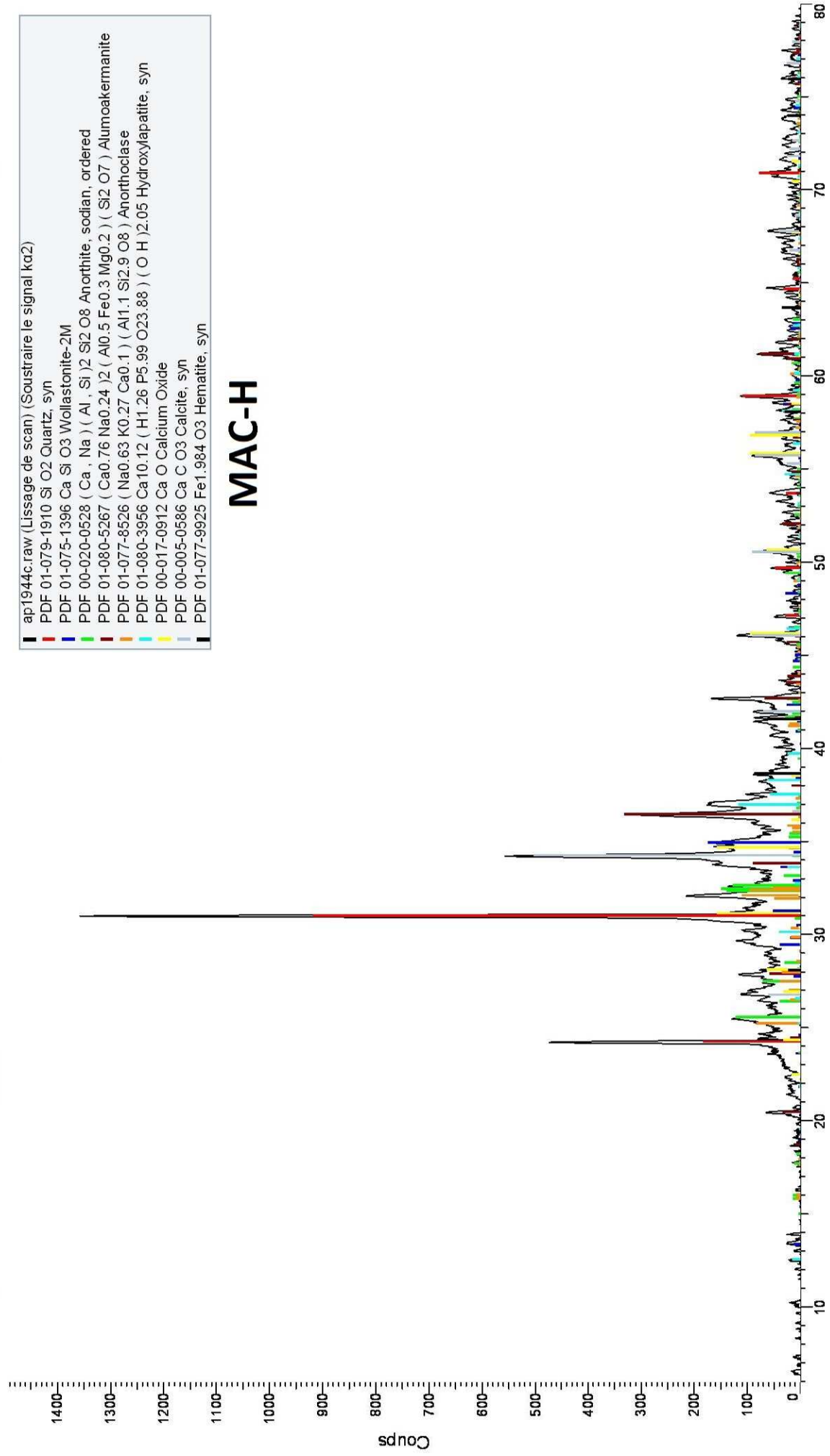
Diffractogramme des sables de mâchefers  
traités MAC-A, MAC-S et MAC-H





# MAC-S

2Theta (Theta couplés) WL=1,78897



- ap1944c.raw (Lissage de scan) (Soustraire le signal ka2)
- PDF 01-079-1910 Si O2 Quartz, syn
- PDF 01-075-1396 Ca Si O3 Wollastonite-2M
- PDF 00-020-0528 (Ca, Na) (Al, Si)2 Si2 O8 Anorthite, sodian, ordered
- PDF 01-080-5267 (Ca0.76 Na0.24)2 (Al0.5 Fe0.3 Mg0.2) (Si2 O7) Alumoakermanite
- PDF 01-077-8526 (Na0.63 K0.27 Ca0.1) (Al1.1 Si2.9 O8) Anorthoclase
- PDF 01-080-3956 Ca10.12 (H1.26 P5.99 O23.88) (OH)2.05 Hydroxylapatite, syn
- PDF 00-017-0912 Ca O Calcium Oxide
- PDF 00-005-0586 Ca C O3 Calcite, syn
- PDF 01-077-9925 Fe1.984 O3 Hematite, syn

# MAC-H

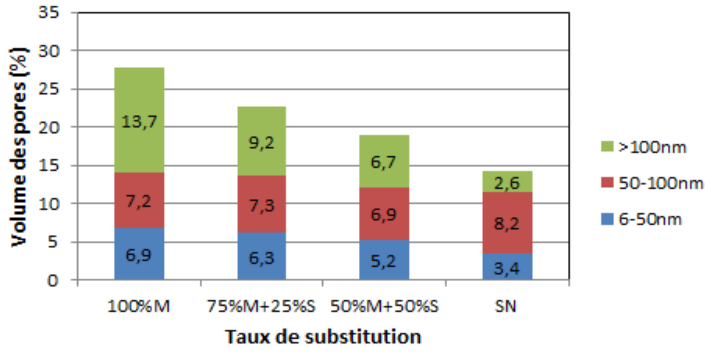
2Théta (2Theta/Theta couplés) WL=1,78897



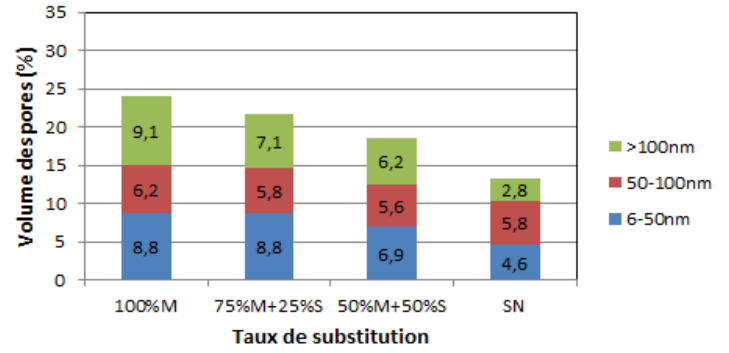
Annexe **G**

Résultats des porosités sur les mortiers

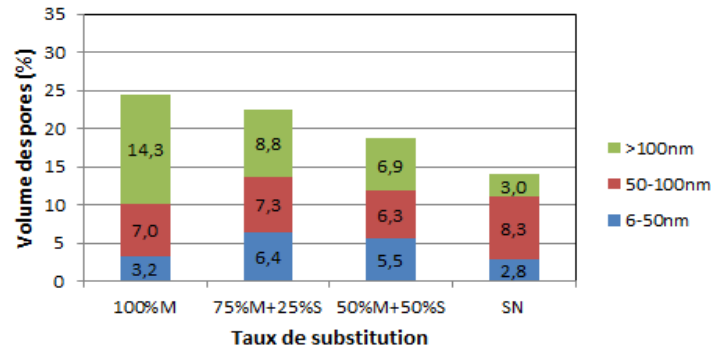
**MAC-S-CEM-I-7j**



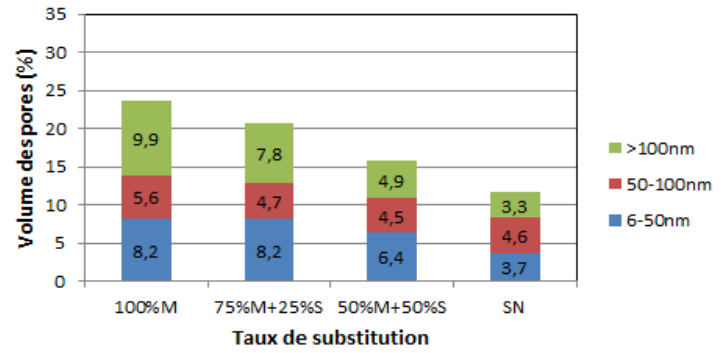
**MAC-S-CEM-III-7j**



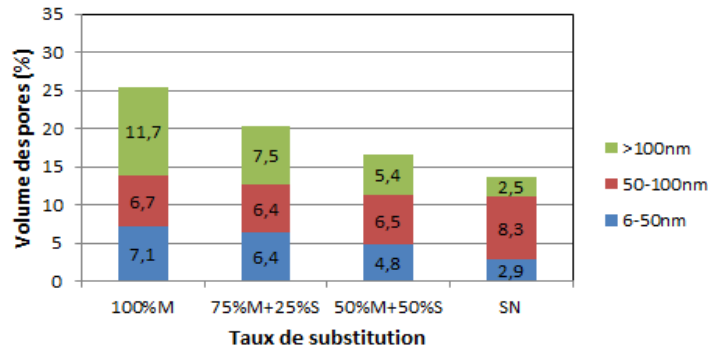
**MAC-S-CEM-I-28j**



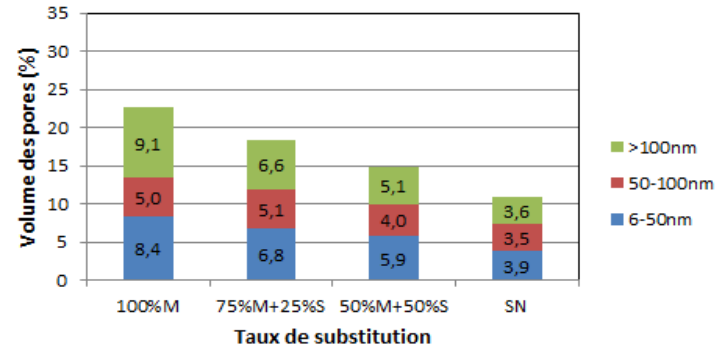
**MAC-S-CEM-III-28j**



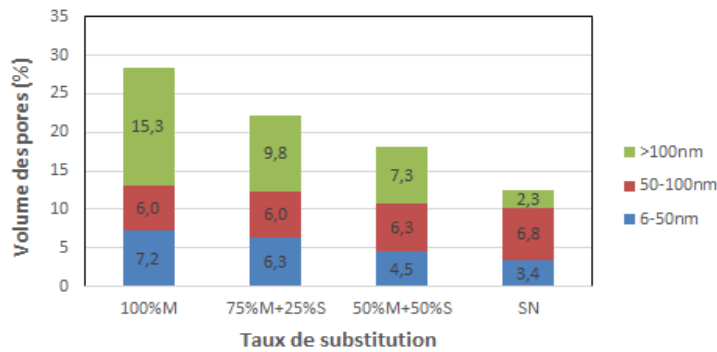
**MAC-S-CEM-I-90j**



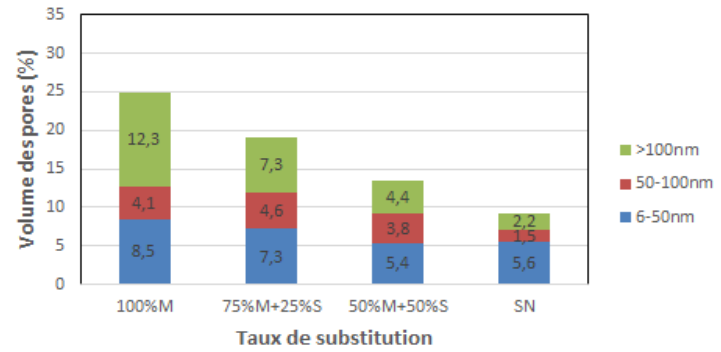
**MAC-S-CEM-III-90j**

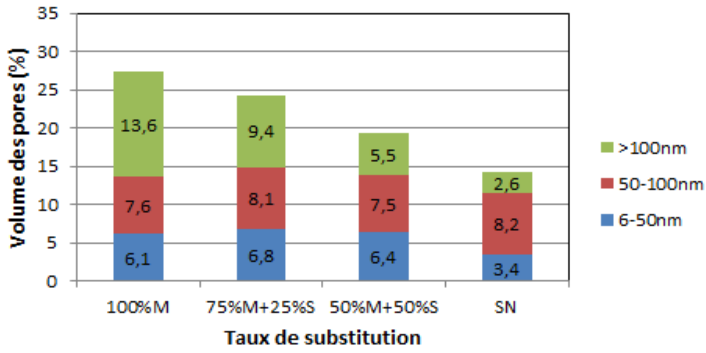
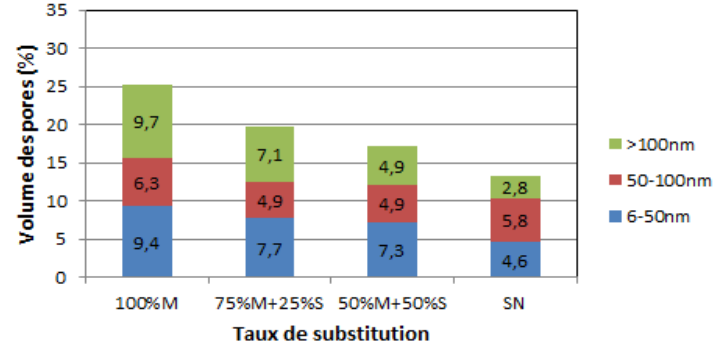
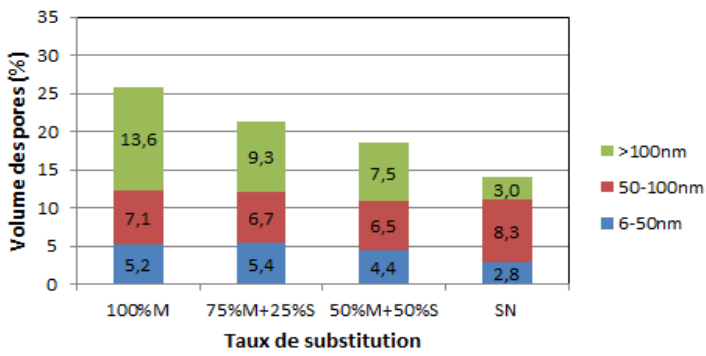
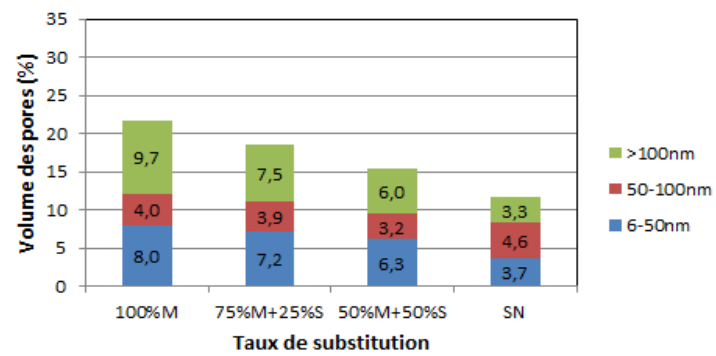
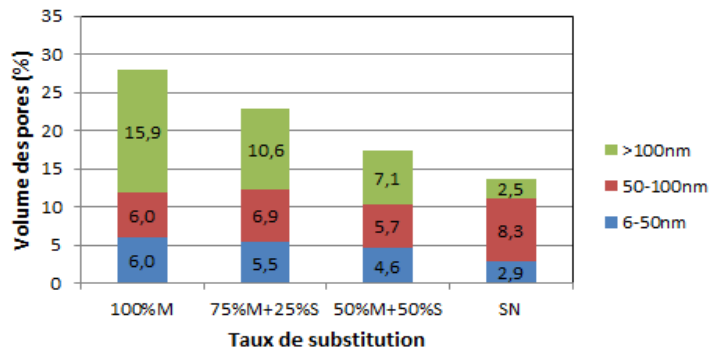
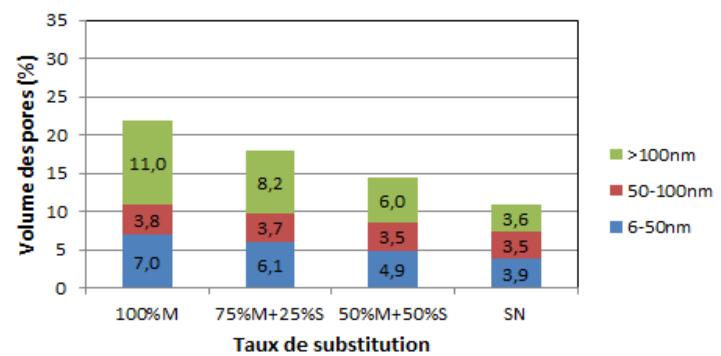
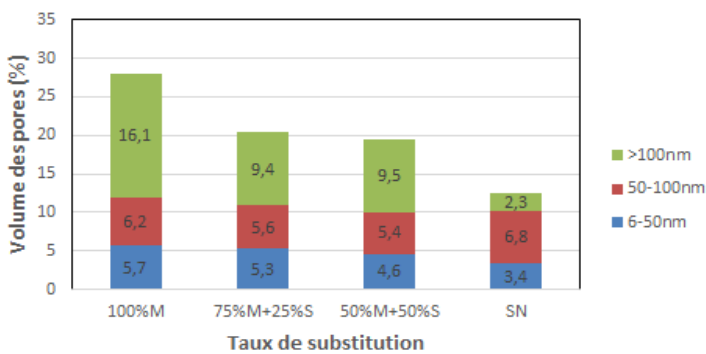
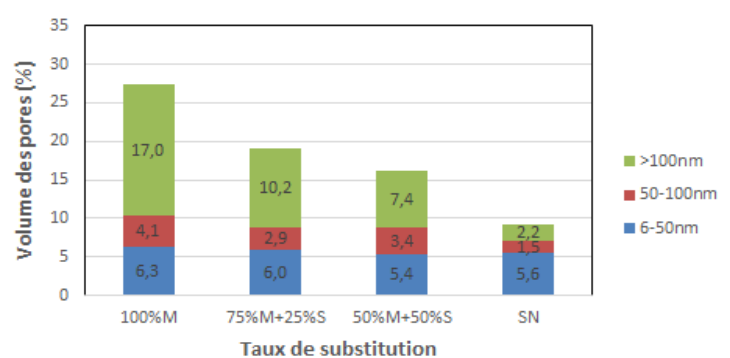


**MAC-S-CEM-I-180j**

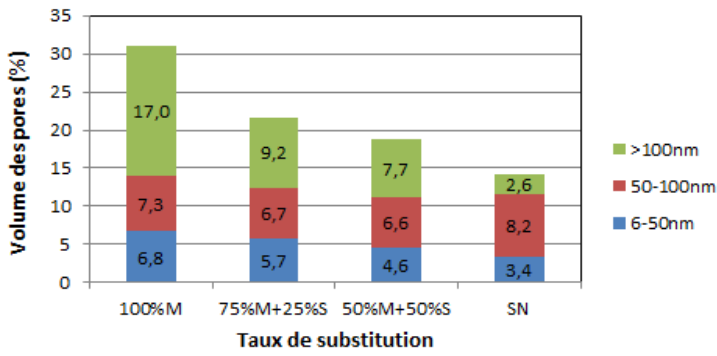


**MAC-S-CEM-III-180j**

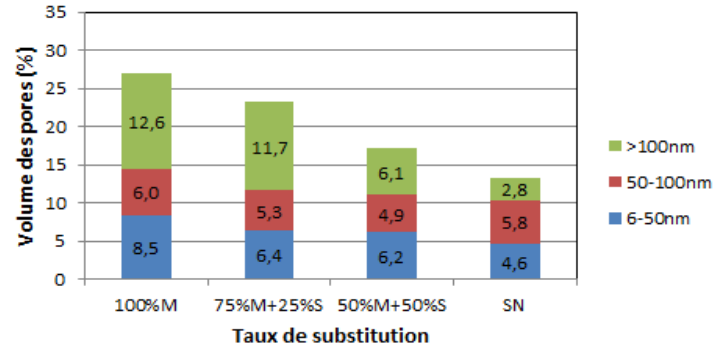


**MAC-H-CEM-I-7j****MAC-H-CEM-III-7j****MAC-H-CEM-I-28j****MAC-H-CEM-III-28j****MAC-H-CEM-I-90j****MAC-H-CEM-III-90j****MAC-H-CEM-I-180j****MAC-H-CEM-III-180j**

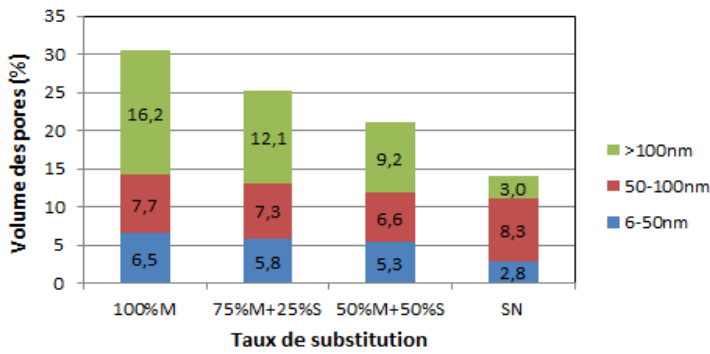
**MAC-A-CEM-I-7j**



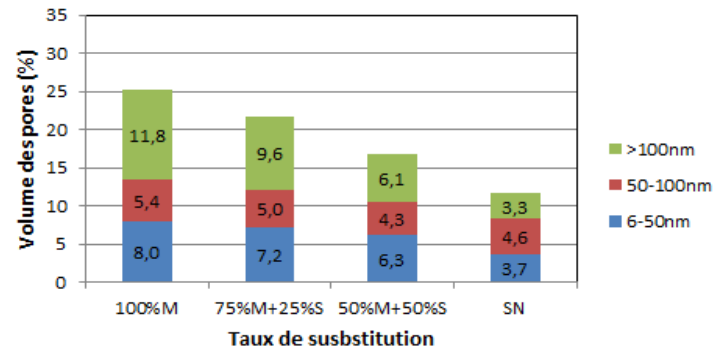
**MAC-A-CEM-III-7j**



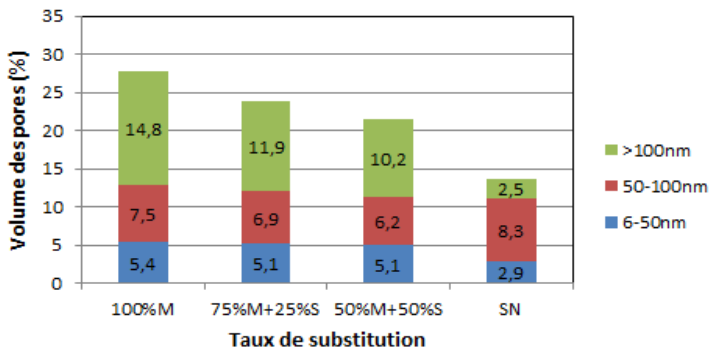
**MAC-A-CEM-I-28j**



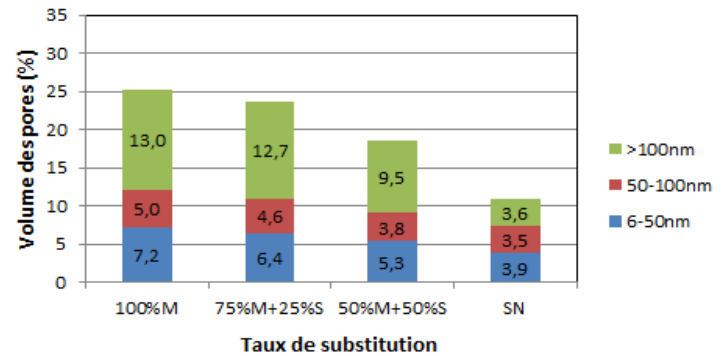
**MAC-A-CEM-III-28j**



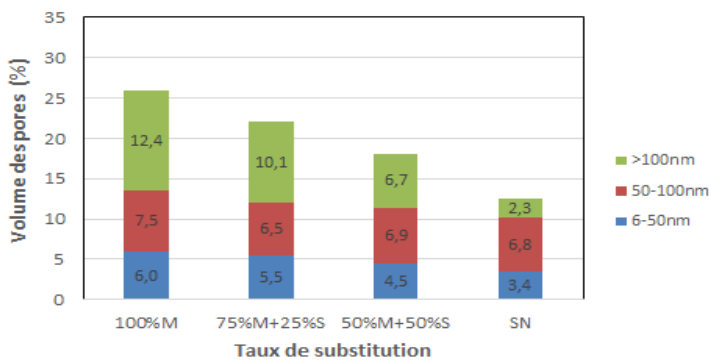
**MAC-A-CEM-I-90j**



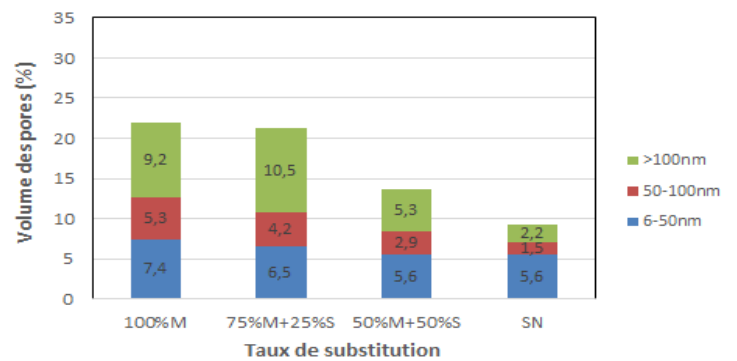
**MAC-A-CEM-III-90j**



**MAC-A-CEM-I-180j**



**MAC-A-CEM-III-180j**





# **Contribution à l'élaboration de sables de mâchefers améliorés en vue d'une valorisation dans la formulation de matériaux cimentaires**

## **Résumé**

Dans un contexte accru de développement durable, la préservation des ressources granulaires naturelles non renouvelables et l'augmentation de la part d'utilisation des matériaux recyclés dans les matériaux de construction demeurent un enjeu incontournable. Du fait de leur origine et de leur nature, la maîtrise des propriétés intrinsèques des matériaux granulaires alternatifs (notamment les déchets et sous-produits minéraux) est nécessaire afin de pérenniser leur diffusion dans le domaine de la construction. Cette recherche s'intéresse spécifiquement aux déchets granulaires minéraux issus de mâchefers d'incinération de déchets non dangereux (MIDND). Elle vise à l'élaboration de sables de mâchefers mieux épurés que les MIDND classiquement produits en sortie d'usine dans une finalité de valorisation à plus forte valeur ajoutée dans une matrice cimentaire. Dans une première partie, une méthodologie de traitement pour l'élaboration de sables de mâchefers mieux épurés que ceux standards au sens de l'enlèvement des métaux ferreux et non-ferreux est proposée. Cette méthodologie repose sur un broyage de la fraction 0-20 mm des MIDND par le procédé BHS. La fraction 0-4 mm majoritaire obtenue est traitée par des tambours magnétiques à pôles axiaux et par des séparateurs à courants de Foucault NES 4T de STEINERT. Dans une seconde partie, une caractérisation physique, chimique, minéralogique et environnementale des sables de mâchefers non traités et améliorés est effectuée. Dans une finalité de valorisation en matrice cimentaire, la troisième partie de la thèse s'est focalisée sur la fraction la plus problématique des MIDND, à savoir la fraction 0-2 mm. Les fractions granulaires 0-2 mm élaborées sont utilisées en substitution volumique partielle (50% et 75%) et totale (100%) d'un sable de référence normalisé dans la formulation de mortiers cimentaires. Une caractérisation physique, mécanique et environnementale des mortiers confectionnés est réalisée à différentes échéances de cure humide, jusqu'à 180 jours. Les résistances mécaniques des mortiers à base de mâchefers sont encourageantes et prometteuses. Enfin, une caractérisation mécanique des pâtes durcies de ciment incorporant des sables de mâchefers est effectuée par la technique d'indentation instrumentée à travers la détermination du module élastique et la dureté.

**Mots clés** : Sable de mâchefers, broyage sélectif, matrice cimentaire, résistances mécaniques, réseau poreux, indentation.

## **A contribution to the investigation on improved sorting of upgraded mineral sand from MSWI bottom ash and its valorization as fine aggregate for cementitious materials.**

### **Abstract**

In the context of sustainable development, the non-renewable granular resources savings associated with the growth of recycled materials in the construction sector are main challenges. Due to its status and its origins, the knowledge of alternative granular material properties (mainly waste and mineral by-products) is useful in order to foster its beneficial use in the construction sector. This study focuses on granular mineral wastes from municipal solid waste incineration (MSWI) bottom ash. This research aimed at investigating the efficiency of treatments for comparison to standard MSWI bottom ash to foster its beneficial use in cementitious materials. In the first section, a new methodology is proposed for dry separation of MSWI bottom ash in order to better recover ferrous and non-ferrous metals from the sand fractions. This proposed methodology is composed of grinding of whole bottom ash fraction 0-20 mm through BHS crushers. Subsequently, the main sand fraction 0-4 mm is processed through magnetic drums and the non-ferrous metal separator NES 4T of STEINERT process. In the second section, physical, chemical, mineralogical and environmental characterizations have been performed on untreated and treated sand fractions. The third section of this research focuses on beneficial use of the granular fraction 0-2 mm in cementitious materials, that is considered the most problematic of MSWI bottom ash fractions. The reference natural sand is replaced in volume for the partial substitution (50% and 75%) and total substitution (100%) by upgraded mineral fractions 0-2 mm in the mortar preparation. Physical, mechanical and environmental characterization have been performed on cement mortar up to 180 days of moist curing. Compressive strengths of mortar containing upgraded bottom ash are promising. Eventually, a mechanical characterization of hardened cement paste has been performed as well as of mortar containing upgraded bottom ash fractions through indentation technique in order to determine the modulus of elasticity and hardness.

**Key words** : Bottom ash sand, grinding, cementitious matrix, mechanical strength, porous network, indentation.