



Caractérisation minéralogique, hydraulique et mécanique des Refiom

Sandrine Braymand-Morel, Pierre Clastres, Alain Pellequer

► To cite this version:

Sandrine Braymand-Morel, Pierre Clastres, Alain Pellequer. Caractérisation minéralogique, hydraulique et mécanique des Refiom. Environnement, Ingénierie & Développement, 1999, N°15 - 3ème Trimestre 1999, pp.36-40. 10.4267/dechets-sciences-techniques.1034 . hal-03181805

HAL Id: hal-03181805

<https://hal.science/hal-03181805v1>

Submitted on 25 Mar 2021

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

CARACTÉRISATION MINÉRALOGIQUE, HYDRAULIQUE ET MÉCANIQUE DES REFIMOM

INFLUENCE DE LA COMPOSITION DES REFIMOM SUR LEURS PROPRIÉTÉS

Sandrine Braymand-Morel*, Pierre Clastres** et Alain Pellequer***

Laboratoire Unité de recherche en génie civil (URGC) Insa de Lyon, Électricité de France-Cemete Aix en Provence

Le travail présenté ici porte d'une part sur l'étude du matériau Refiom anhydre, de son hydraulicité et de son durcissement et d'autre part sur l'étude de l'influence de la variabilité de composition du Refiom sur ces caractéristiques. Cette deuxième phase de l'étude se fera grâce à la fabrication de Refiom artificiels et par la méthodologie des plans d'expériences. Nous apporterons également quelques éléments de compréhension aux phénomènes observés.

This paper presents first, a characterisation of the unhydrated material «MSWI Fly Ash», and a study of its hydraulicity and hardening. Then it approaches a study on the influence of the variation of MSWI Fly Ash composition on these properties. This second phase of the study is lead by using artificial ash and with the Statistical Design of Experiment Methodology. Elements of comprehension about observed phenomena are also presented in this paper.

INTRODUCTION

L'augmentation de la quantité d'ordures ménagères en France a provoqué une multiplication de leurs moyens et techniques de traitement. L'incinération de ces ordures ménagères est le moyen le plus utilisé actuellement. Cependant cette technique n'est considérée que comme une étape intermédiaire dans le traitement du déchet. Les résidus issus de l'épuration des fumées d'incinération d'ordures ménagères (Refiom) ont besoin d'un traitement supplémentaire avant d'être placés en décharge. En effet ces résidus sont des matériaux pulvérulents qui contiennent des éléments toxiques, en particulier des métaux lourds. Une des techniques couramment utilisées consiste à solidifier et stabiliser les Refiom en utilisant des liants hydrauliques. L'étude de ces matériaux (Refiom) se limite souvent, dans la littérature, à la détermination de la composition chimique et des phases minéralogiques. Peu d'auteurs approfondissent l'analyse du Refiom par une étude de son hydraulicité potentielle qui est pourtant signalée. En outre, l'étude des résidus chlorés issus des procédés

secs d'épuration est peu développée. En effet la majeure partie des résidus étudiés sont des cendres d'électrofiltre issues d'un procédé humide.

Ce travail propose une caractérisation expérimentale du matériau Refiom par l'étude de ses propriétés minéralogiques, hydrauliques et mécaniques.

Le Refiom étudié ici est issu d'un procédé sec d'épuration des fumées d'incinération. La connaissance approfondie de ce matériau permettra d'évaluer par la suite^[1] le rôle et l'efficacité des liants utilisés dans les procédés de solidification/stabilisation.

Il est apparu utile d'étudier en tout premier lieu les phases anhydres du matériau Refiom, au moyen d'analyses chimiques et microstructurales.

En outre nous avons constaté au cours d'essais préliminaires, que ces phases anhydres, en présence d'eau, présentaient un phénomène de prise et de durcissement. Ainsi, après avoir défini un mode opératoire pour la réalisation et la mise en œuvre des mélanges « Refiom+eau », nous avons caractérisé la rhéologie du matériau frais. En particulier, nous avons étudié l'influence de la température de l'eau de gâchage sur cette rhéologie. Nous avons par la suite caractérisé du point de vue *solidification* et *stabilisation* le matériau durci. Cet aspect de l'étude expérimentale n'avait pas été abordé auparavant par d'autres auteurs.

Cependant un certain nombre de constituants du Refiom ne font pas partie des matériaux classiquement étudiés. En outre, la composition des Refiom est variable en fonction du procédé d'incinération dont ils sont issus et de la nature des déchets incinérés.

Ainsi, il est apparu important pour la mise au point ultérieure du procédé de solidification/stabilisation^[1] de bien repérer les principaux paramètres influençant les réactions et en particulier les phases anhydres responsables. Ceci a été réalisé au moyen d'une étude sur Refiom artificiel. Nous avons ainsi reproduit un Refiom par l'utilisation de ses huit constituants principaux. L'hydratation et le durcissement de ce matériau ont été ainsi étudiés. Pour cette étude, la méthodologie des plans d'expériences a été utilisée, les proportions des constituants étaient variables et représentaient les facteurs d'étude.

Les essais réalisés dans ces deux phases de l'étude concernent des phénomènes essentiellement macroscopiques. Ainsi, afin de compléter cette analyse du matériau Refiom, nous avons fait une étude microstructurale afin de préciser les phases hydratées et leur évolution dans le temps.

METHODES

Étude sur matériau Refiom « réel »

Les essais ont été choisis de manière à décrire le matériau d'étude depuis son état anhydre jusqu'à son comportement lorsqu'il est hydraté et durci après avoir été mélangé à l'eau. L'influence du dosage en eau sur les propriétés caractérisées est également étudiée.

– *Le matériau anhydre* : analyses chimiques, physiques et minéralogiques ; analyse de la lixiviation.

– *Son hydratation* : mesure de la prise, du gonflement, de la chaleur d'hydratation du mélange «Refiom+eau» frais.

– *Sa solidification* : détermination des résistances mécaniques en compression et traction sur éprouvettes 4*4*16 cm à différentes échéances du vieillissement du matériau.

– *Sa stabilisation*. Sur échantillons durcis à différentes échéances : analyse de la lixiviation, analyse de la conductivité du filtrat

– *Sa durabilité* : influence de cycles thermiques et de cycles d'immersions prolongés sur la solidification du matériau.

Étude sur matériau Refiom artificiel

Il s'agit de travailler ici sur un Refiom artificiel à 8 constituants afin de comprendre le rôle de chacun d'eux dans le processus de solidification et de stabilisation du Refiom. Nous cherchons à connaître l'influence des facteurs donnés dans le tableau I, sur les propriétés d'hydratation du Refiom artificiel.

Les compositions étudiées sont déterminées par la méthodologie des plans d'expériences.

Cette méthodologie permet d'organiser des analyses paramétriques de façon à minimiser le nombre d'expériences à réaliser tout en faisant clairement ressortir l'effet des paramètres et de leurs interactions. Par rapport à une méthode empirique habituelle, le gain se mesure en temps gagné et en rigueur dans l'exploitation des résultats.

La différence capitale avec une méthode classique tient au fait que l'on fait varier les niveaux de tous les facteurs à la fois à chaque expérience, de manière programmée et raisonnée^[3,4].

Nous cherchons à déterminer le rôle de chacun des facteurs donnés tableau I lorsqu'ils varient dans une plage fixée. L'utilisation de la méthodologie des plans d'expériences nous conduit à réaliser 35 compositions (35 Refiom artificiels).

Ces Refiom artificiels sont ensuite hydratés et les mélanges frais et durcis sont soumis aux mêmes essais que ceux de l'étude sur Refiom réel.

Tableau I : Plages de variation des facteurs étudiés, Refiom artificiel

N° Variable	Facteur Dosage en :	Plage de variation mini maxi	
1	Ca(OH) ₂ +CaO	15 %	30 %
2	Dos. CaClOH	20 %	35 %
3	CaSO ₄	5 %	10 %
4	Ca(OH) ₂ / CaO*	50 %	100 %
5	Al métallique	0 %	0,1 %
6	Al ₂ O ₃ +SiO ₂ **	12 %	17 %
7	Polluants***	0 %	2 %
8	NaCl+KCl	0 %	6 %

* rapport et non dosage

** cendres volantes de centrale thermique

*** 50 % ZnO, 25 % PbO, 25 % PbCl₂

Compréhension des phénomènes

Nous avons réalisé les essais suivants sur matériau anhydre, hydraté et durci.

– Analyse par Diffraction aux Rayons X,

– Analyse Thermique Différentielle,

– Microscopie Electronique à Balayage,

– Calorimétrie isotherme,

– Suivi conductimétrique de solutions diluées.

RÉSULTATS

Étude sur matériau Refiom «réel»

Matériau anhydre

Des analyses DRX et ATD ont permis de mettre en évidence la présence des phases minérales suivantes : CaClOH, Ca(OH)₂, CaSO₄, NaCl, KCl, SiO₂, CaCO₃. Des analyses chimiques complémentaires ont complété cette analyse et montré la présence de CaO, Al₂O₃ et de nombreux métaux lourds. Les métaux lourds les plus présents dans le Refiom et les plus lixiviables sont les suivants : Pb, Zn, Ba et Sr.

Le Refiom est constitué d'une quantité importante de composés potentiellement réactifs (en présence d'eau et d'autres constituants du Refiom ou par carbonatation à l'air), en particulier Ca(OH)₂ et CaClOH.

La présence de ces composés nous amène à étudier la réactivité de ce matériau, à savoir son comportement lorsqu'il est mélangé à l'eau.

Hydraulicité du Refiom et étude du matériau durci

Le matériau Refiom est réactif lorsqu'il est mélangé à l'eau, il présente une prise dont la cinétique est fonction de la température de l'eau (cf. tableau 2).

L'« hydratation » du Refiom s'accompagne d'une réaction de solubilisation fortement exothermique, et d'un gonflement (cf. tableau 2) dû à une production de H₂, résultante d'une réaction entre la chaux et des résidus d'aluminium métallique. Lorsque le matériau est durci, le gonflement est arrêté, mais la potentialité du Refiom à développer une réaction de gon-

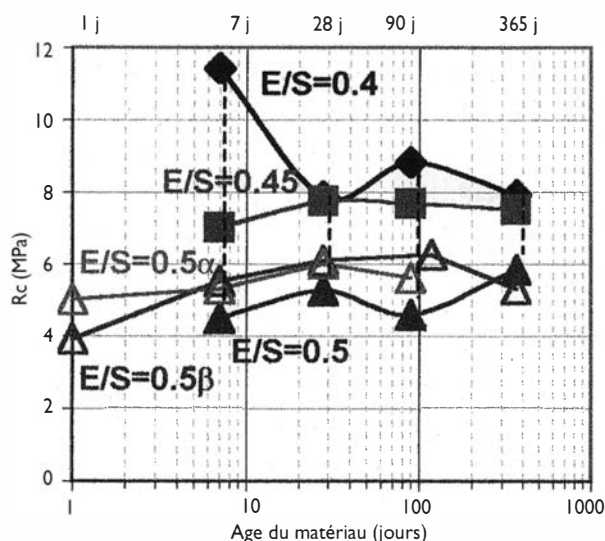
Tableau 2 : Influence de la température de l'eau de gâchage sur les caractéristiques du matériau à l'état frais (eau/Refiom = 0,5)

Température de l'eau (°C)	Début de prise (min)	Gonflement (%)
4,5	20	4
10	17	2
20	49	7
48	90	9
50	73	7,5
65	105	15

flement n'est pas achevée. Cette réaction de gonflement a pu être stoppée par ajout d'hydrofuge. L'augmentation de la température de l'eau a un effet retardateur important sur la prise du matériau et le liquéfie. En contrepartie, le gonflement est augmenté, par action physique (retard de la prise) et chimique (modification des solubilités).

Le Refiom est donc un matériau fortement réactif en présence d'eau

Le matériau Refiom présente un durcissement (voir figure 1), mais cette prise n'est pas réellement hydraulique.

**Figure 1 : Évolution des résistances en compression Rc dans le temps en fonction du rapport E/S**

En effet les cristaux formés ne sont pas durables à l'eau à court et moyen terme. En outre, les résistances mécaniques ne progressent pas dans le temps.

Malgré cela, « l'hydratation » du Refiom s'accompagne d'une stabilisation du relargage des métaux lourds. En outre, le vieillissement du matériau renforce cette stabilisation. Par contre, les éléments solubles, autres que les métaux lourds (FS, Cl, Ca), ne sont pas stabilisés par la prise du Refiom (voir tableau 4).

Donc, le matériau Refiom se solidifie mais ne se stabilise pas suffisamment et il est indispensable d'utiliser un liant hydraulique pour assurer une bonne stabilisation.

En outre, le comportement du matériau solidifié est forte-

ment influencé par le dosage en eau (solidification et stabilisation) et la teneur en hydrofuge, inhibiteur de gonflement (solidification et stabilisation des métaux lourds).

Enfin, la solidification ne s'avère pas suffisante puisque des conditions thermo-hydriques particulières nuisent fortement à la durabilité du matériau. En effet, nous avons soumis le matériau solidifié (eau/Refiom = 0,5) aux conditions de conservation suivantes :

- 10 cycles thermiques jour/nuit à 50°C et -25°C ;
- immersions de 96 heures dans des bains neutres ou agressifs.

Tableau 3 : Résistance en compression (Mpa) de matériaux durcis soumis à des conditions thermiques et hygrométriques particulières

Cycle	100% Refiom
Alterné	2,3
50 °C	7
-25 °C	12,5
Référence	14,5
Immersion	100% Refiom
ph 7	2
ph 4.5	2,2
ph 12.5	2
Référence	13.2

A l'issue de ces cycles et immersions, des essais de résistance mécanique ont été réalisés sur les éprouvettes. Nous comparons l'ensemble de ces résultats à ceux obtenus avec des éprouvettes de référence n'ayant subi aucun cycle ni immersion.

Il est donc nécessaire d'étudier la solidification du Refiom sur la base d'autres critères que ceux fixés par la norme X 31-212.

En outre, l'évolution des résistances mécaniques dans le temps du matériau solidifié ne laisse pas présager un bon comportement à long terme

(voir figure 1).

La nécessité d'utiliser un liant hydraulique est donc confirmée par une solidification non durable.

L'ensemble de ces résultats associé à l'étude du matériau anhydre nous conduit à insister sur la complexité du matériau Refiom, tant du point de vue de sa composition que de son comportement. Afin de déterminer quels sont les éléments constitutifs du Refiom qui sont responsables de ce comportement particulier nous avons effectué des essais sur des matériaux artificiels de compositions variables.

Réactivité hydraulique de Refiom artificiels

A l'issue de la réalisation des essais sur les 35 compositions et de l'exploitation des résultats par la méthodologie des plans d'expériences, nous sommes arrivés aux conclusions données ci-après.

Matériau frais

Une prise rapide (temps de début de prise et durée de prise) est provoquée par des dosages élevés en CaClOH et Ca(OH)₂, la présence de sels NaCl et KCl intervient également dans cette prise rapide. Les polluants ont un effet contraire en fonction du dosage en CaClOH (accélération ou retard de la prise).

L'élévation de température (exothermie du Refiom) est due à CaClOH.

Tableau 4 : Analyses de la lixiviation du matériau anhydre et de mélanges durcis, E/S=0,5

Mode de lixiviation Type d'échantillon	Matériau anhydre X31-210 3*16h	X31-210 1*24h échantillon broyé	X31-210 1*24h échantillon broyé	X31-211 1*24h éprouvette ϕ 4h8cm	X31-211 3*16h éprouvette ϕ 4h8cm
Age du matériau (jours)	X	28	90	28	28
pH	11,5-12,5	11,9	11,95	11,85	11,6
Fraction Sol. (%)	38	26,24	24,6	11,32	19,15
DCO (mg O ₂ /kg)	Variable	6700	10000	530	1730
Plomb (mg/kg)	400-700	12,28	2,15	31,1	12,87
Zinc (mg/kg)	50-85	0,65	0,31	0,61	1,67
Chlorures (mg/kg)	100E3-150E3	144500	109950	48050	75570
Calcium (mg/kg)	80E3-100E3	44421	54995	21663	33269

Le gonflement est dû à la présence d'aluminium métallique, il est diminué par un dosage élevé en chaux, en CaSO₄ et en polluants.

Solidification

Des dosages simultanément élevés en chaux et CaClOH permettent d'obtenir des résistances mécaniques assez importantes à court terme.

Par contre, la non progression des résistances dans le temps et même les chutes observées sont dues à CaClOH. NaCl et KCl nuisent également aux résistances à long terme.

Les résistances mécaniques ne sont globalement pas très élevées (6 MPa) à cause du gonflement et de la présence de sels et polluants.

Stabilisation

Une forte conductivité est observée quelles que soient les échéances lors de l'immersion d'un cube solidifié dans l'eau. Elle est due principalement à la présence en quantité importante de CaClOH, de sels et de métaux lourds. La présence de chaux est également nuisible à la stabilisation à long terme. Cependant on a observé que la présence de CaClOH en quantité réduisait l'effet néfaste des polluants sur la stabilisation.

Compréhension des phénomènes

L'analyse de l'ensemble des essais menés nous a permis d'avancer les explications qui suivent.

La solubilité du Refiom est une fonction décroissante de la température (due à Ca(OH)₂ et CaClOH), ce qui explique l'influence de la température sur les cinétiques de prise. CaClOH est responsable de l'exothermie du Refiom.

La prise du Refiom et les résistances à court terme du Refiom sont dues à l'hydratation de CaClOH en présence d'un pH basique ou de chaux. Le matériau formé est un chlorure de calcium hydraté soluble à l'eau (solubilité croissante avec la température), c'est ce comportement qui est responsable de la non tenue physique à l'eau à court et moyen terme et de l'influence néfaste des cycles en température sur les résistances du matériau durci. Cette solubilité croissante en fonction de la température est également responsable de la prise rapide du Refiom.

La durée de prise courte est également liée au fait qu'il est difficile de discerner les phases de germination et de crois-

sance et on se rapproche plus du comportement d'un composé chimique qui précipite (CaClOH) que d'un composé hydraulique qui s'hydrate.

L'« hydratation » du Refiom conduit à la formation d'un chlorure de calcium et d'un possible chloroaluminate de calcium. Son « durcissement » semble être accompagné d'une carbonatation du matériau et de l'apparition d'une forme dérivée d'ettringite (chloro-ettringite). En outre, la consommation de chaux au cours du vieillissement du matériau et la transformation de l'hydroxychlorure CaClOH sont démontrées.

Cependant, nous n'avons pas réussi à localiser la stabilisation des métaux lourds qui est observée, dans les phases hydratées.

CONCLUSION

Le Refiom étudié ici, issu d'un procédé sec d'épuration des fumées, est constitué principalement des phases minérales CaClOH, Ca(OH)₂, CaSO₄, Al₂O₃ et SiO₂. Il contient également en quantité non négligeable des métaux lourds (plomb, zinc, ...).

Le matériau Refiom est réactif, il présente une prise dont la cinétique est fonction de la température de l'eau et un durcissement accompagné d'une stabilisation partielle des métaux lourds. Cependant la durabilité mécanique et chimique du matériau durci n'est pas satisfaisante.

La prise du Refiom est gérée par les dosages en chaux et CaClOH. Des dosages élevés de ces deux constituants provoquent une prise rapide. « L'hydratation » du Refiom s'accompagne d'une réaction de solubilisation fortement exothermique, dont la responsabilité est à attribuer à CaClOH et d'un gonflement dû à une production de H₂. Cette réaction de gonflement a pu être stoppée par ajout d'hydrofuge. Les autres constituants du Refiom interviennent de manière plus dispersée sur sa prise. La prise du Refiom s'explique par une formation de chlorure de calcium hydraté, résultat de l'hydratation du CaClOH en présence d'un pH basique ou de chaux. Il a également été montré une possible formation de chloroaluminate de calcium hydraté.

Le développement du durcissement du matériau et sa stabilisation partielle dépendent des dosages en CaClOH, en sels et polluants. La présence marquée de CaClOH qui conditionne les résistances mécaniques élevées à court

DÉCHETS

SCIENCES & TECHNIQUES

APPEL À PUBLICATIONS

Nous souhaitons publier dans cette revue et nous espérons pouvoir ouvrir nos colonnes à tous les travaux relatifs aux différents aspects du problème des déchets :

- Collecte, tri, préparation, transfert, stockage,
- Valorisation énergétique : énergie, matière première, matériaux, agriculture,
- Analyse et caractérisation, tests de comportement, nomenclature, classification,
- Traitements thermiques,
- Traitements biologiques,
- Traitements chimiques et physico-chimiques,
- Stabilisation-solidification : procédés et comportement à long terme,
- Déchets, sol et sous-sol,
- Procédés propres,
- Déchets-santé,
- Droit et législation.

Présentation des articles

- 5 Pages incluant textes, figures et références soit l'équivalent de 15 000 signes au maximum.
- Les textes originaux doivent être expédiés sur disquette 3,5 pouces (Mac ou PC) accompagnés d'une version papier en 3 exemplaires pour le comité de lecture dont une version originale comportant tableaux, figures, ou photographies éventuels. Les fichiers de tableaux ou de figures existants doivent être joints sur la disquette avec originaux papier.
- Le nom du logiciel utilisé doit être spécifié.
- L'article doit impérativement comporter les éléments suivants si possible dans cet ordre :
 - titre,
 - nom, qualité et coordonnées de l'auteur,
 - résumé de 50 mots en français et en anglais,
 - introduction,
 - matériels et méthodes,
 - résultats,
 - discussion,
 - conclusion,
 - références.

Nous publions également les résumés de thèses qui nous sont envoyés ainsi que les résumés de mémoires de DEA ou de DESS lorsqu'ils sont accessibles, sur demande, aux lecteurs.

Envoi des articles

Alain Navarro, Laboratoire d'analyses environnementales des procédés et systèmes industriels (Laepsi) - Insa bâtiment 404 - 20, avenue Albert Einstein - 69621 Villeurbanne cedex - Tél. : 04 72 43 84 30 - Fax : 04 72 43 87 17. Secrétariat : Norma Renard (Tél. : 04 72 43 87 72 - Fax : 04 72 43 80 84)

terme, est nuisible au développement des résistances dans le temps et à la stabilisation du matériau. Par contre un dosage élevé en CaClOH réduit l'action néfaste des polluants sur la stabilisation (les sels et polluants nuisent à la stabilisation du matériau). Le durcissement du matériau est lié à une consommation de chaux qui s'accompagne d'une carbonatation du matériau (pourtant protégé de l'environnement extérieur) et de la transformation de l'hydroxychlorure de calcium CaClOH. La formation d'une ettringite dérivée (chloro ettringite) a été montrée.

En outre nous avons montré que le matériau Refiom se solidifiait mais, d'une part cette solidification n'est pas durable sous conditions thermohydrauliques particulières et d'autre part la stabilisation n'est pas suffisante.

Il est donc nécessaire d'utiliser un liant hydraulique pour assurer ces deux fonctions.

La connaissance des processus hydrauliques liés à la réaction du Refiom en présence d'eau permettra d'évaluer le rôle efficace du liant dans le processus de stabilisation^[1].

*** Sandrine Braymand Morel**

110 rue de Colombes - 92400 Courbevoie

**** Pierre Clastres ,**

Laboratoire Unité de recherche en génie civil (URGC) - Structures - Insa de Lyon - 20, avenue Albert Einstein - 69621 Villeurbanne cedex

***** Alain Pellequer,**

Électricité de France-Cemete - 905, avenue du Camp de Menthe - 13097 Aix en Provence

Bibliographie

- [1] Morel-Braymand S. *Élaboration d'un procédé de solidification /stabilisation de Refiom. Apport de la méthodologie des Plans d'Expériences*, Thèse Insa Lyon, 1999, 280 p +annexes.
- [2] Phan Tan Luu, R., Mathieu, D., Sergent, M., Feneuille, D. : *Publications des cours « Méthodologie de la Recherche Expérimentale »*, LMRE, Aix-en-Provence.
- [3] Bosselud D., Soulier B., Regnier G. *Plans d'expérience numériques. Étude du comportement vibratoire des grappes de commandes d'un réacteur à eau pressurisée*, EDF-DER, 1997 9 p.
- [4] Goupy J. *La méthode des plans d'expériences. Optimisation du choix des essais & de l'interprétation des résultats*. Paris : Dunod, 1988. 303 p.
- [5] Morel S., Clastres P., Pellequer A., Pellissier C.. *Solidification/Stabilisation de refiom par laitier de haut fourneau. Utilisation de la méthodologie des plans d'expériences*. Stabilisation des déchets et environnement. 1999. Lyon
- [6] Morel S., Salain A., Clastres P., Pellequer A. *Influence de la composition chimique des refiom sur leur solidification-stabilisation*. Stabilisation des déchets et environnement. 1999. Lyon.
- [7] Maraval S. *Étude comparative de divers liants hydrauliques et de la vitrification, cas des cendres d'incinération d'ordures ménagères*, Thèse Insa Lyon, 1994, 327p.
- [8] Bouchelaghem A. *Stabilisation et solidification des déchets industriels spéciaux*. Techniques Sciences Méthodes - l'eau, Avril 1994, n°4, p. 62-66.
- [9] Lici V. *Prétraitement en milieu aqueux alcalin de résidus d'épuration de fumées d'incinération d'ordures ménagères avant stabilisation. Application à la solidification-stabilisation par liants hydrauliques et à la vitrification*. Université de Technologie de Compiègne, 1996. 220 p.
- [10] Majcherzyk Ch. *Ash recycling technology*. 2nd European Recycling Workshop (EUR 16155 EN), Brussels, 29/30 June 1994. Luxembourg : Office for Official Publications of the European Communities, 1995. p. 215-231.
- [11] Bonnin E. *Conception de matériaux à partir de déchets. Performances d'un liant hydraulique à base de métakaolin*. Thèse Conception en Bâtiment et Techniques Urbaines : Insa Lyon, 1995. 253 p.
- [12] Tabaries F. *Contribution à l'étude de la paragenèse et des traitements des résidus solides issus de l'incinération des déchets ménagers et industriels*. Thèse Chimie et Chimie Physique : Université de Toulon et du Var, 1995. 186 p.