

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A.MIRA-BEJAIA



Faculté de technologie
Département des mines et géologie

Mémoire de fin d'étude

En vue de l'obtention du diplôme de master en Mine

Option : Valorisation des ressources minérales

Présenté par

M^{elle} LAKAB NADJAT
M^r HAMMA YANIS

Thème

*Stabilisation/solidification des rejets industriels par un liant
hydraulique*

Soutenu le : 14 /10 /2021

Devant le jury composé de :

Président : Mr A.AKDIM
Examinatrice : M^{me} T.TAHRI
Promoteur : Mr S.HADDAD
Co-promoteur : Mr K.MOUSSACEB

Univ.de Bejaia
Univ.de Bejaia
Univ.de Bejaia
Univ.de Bejaia

Année Universitaire : 2020/2021

Remerciement

*En premier à ce mémoire, nous souhaitons adresser notre vif
remerciement accompagné de toutes nos gratitudees et de notre
profond respect à notre promoteur professeur K.MOUSSACEB pour
son encadrement et ses précieuses aides.*

*Je tiens à remercier M^r : S.HADDAD pour son énorme soutien, son
aide et surtout ses sincères conseils et ses encouragements.*

*Nous tenons également à remercier les membres du jury pour avoir
accepter de juger notre travail.*

*Nous remerciments vont aussi à tous les membres des laboratoires
LTMGP et tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.*

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

À mes très chères parents Taoues et Layachi qui m'ont apporté un grand support

Pendant toute la durée de mes études.

À mon frère Mounir et mes sœurs Souhila et Nasria et nadjet

À ma binôme Nadjet avec qui j'ai aimé travailler durant cette année.

À la mémoire de mon grand père paternel Slimane, à ma grand mère Zuina à mes oncles et tantes.

À tous mes amis.

À toute la promotion vrm 2021 de l'université de Bejaia.

Hamma Yanis

Dédicace

En ce moment particulier dans ma vie, je tiens à dédier ce travail :

A mes chers parents, aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours. que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulé, le fruit de vos innombrables sacrifices. Puisse Dieu, le très haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

A mes sœurs, qui n'ont cessé d'être pour moi des exemples de persévérance de courage et de générosité. Dieu vous garde pour moi.

A mes frères, un frère est un allié sur quoi on peut compter et en qui on peut faire une confiance aveugle, par croyance qu'il ne peut jamais nous lâcher. Dieu merci de vous avoir dans ma vie.

*Et A toutes la famille **LAKAB**,*

A toutes mes chères amis,

Et A toutes mes professeurs.

Nadjat

SOMMAIRE

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION GENERALE

CHAPITRE I :

GENERALITE SUR LE CIMENT ET LES DECHETS

I.LE CIMENT

I.1 Introduction.....	01
I.2.Définition de ciment.....	01
1. Le calcaire.....	02
2. La marne.....	02
3. Adjuvants corrigeant.....	02
4. Gypse.....	02
I.3. Fabrication du ciment.....	03
I.3.1. Généralité sur la matière première (clinker).....	03
I.3.1.1. Composition chimique du clinker.....	03
I.3.1.2. Composition minéralogique du clinker.....	04
I.3.1.3. Les minéraux du clinker.....	04
I.3.2. L'étapes de fabrication de ciment.....	04
I.3.2.1. Extraction	04
I.3.2.2. Préparation de la matière première.....	04
I.3.2.3. Cuisson du cru	05
I.3.2.4. Broyage du clinker.....	05
I.3.2.5. Contrôle qualité.....	06

I.4. Prise et durcissement du ciment.....	06
I.4.1. Phase dormante.....	07
I.4.2. Début et fin de prise.....	07
I.4.3. Durcissement.....	07
I.5. Principales caractéristiques du ciment.....	07
I.5.1. Caractéristiques de la poudre.....	07
a) La surface spécifique.....	07
b) La masse volumique apparente.....	07
c) La masse volumique absolue.....	07
I.5.2. Caractéristiques mesurées sur pâte ou sur « mortier normal ».....	07
1) Le début de prise.....	07
2) L'expansion.....	08
3) Les résistances mécaniques.....	08
I.6. Les différents types de ciments et les domaines d'utilisations.....	08
I.6.1. Les ciments Portland.....	08
I.6.2. Autres ciments.....	08
I.6.2.1. Ciment prompt naturel (CNP).....	08
I.6.2.2. Ciment alumineux fondu (CA).....	09
I.6.2.3. Ciment à maçonner (CM).....	09
I.6.2.4. Le ciments blancs.....	09
I.7. CIMENTS PORTLAND.....	10
I.7.1. Définition.....	10
I.7.2. Principaux constituants.....	10
I.7.3. Principe de fabrication.....	10
I.7.4. Principales catégories de ciments Portland.....	11
I.7.4.1. Classification en fonction de leur composition.....	11
I.7.4.2. Classification en fonction de leur résistance à la compression.....	12

I.7.5. Pâte du ciment Portland.....	12
I.7.5.1. Caractéristiques.....	12
I.7.5.2. Principales applications.....	13
I.8.conclusion.....	13
II.LES DECHETS	
Introduction.....	14
II.1 – Définitions.....	14
II.2 Classification des déchets.....	15
II.2.1 Selon leur nature.....	15
II.2.2 Selon le mode de traitement et d'élimination.....	15
II.2.3 Selon le comportement et les effets sur l'environnement.....	15
II.2.4 Selon l'origine.....	16
II.3 Gestion des déchets	18
a)-Prévention.....	18
b)-Traitement.....	18
c)-Élimination.....	18
d)-Valorisation.....	19
e)-Stockage.....	19
II.4 Hiérarchie de bonne gestion des déchets.....	19
II.5.conclusion.....	19

CHAPITRE II :

PROCEDE DE STABILISATION/SOLIDIFICATION

II.1. Introduction.....	25
II .2 Définition de la stabilisation/solidification.....	25
II.2.1. Stabilisation.....	25

II.2.2. La solidification.....	25
II.3. Principe.....	26
II.4. Maturité.....	26
II.5. Description.....	26
II .6. Objectif de la solidification et stabilisation.....	26
II.7. Les procède de stabilisation solidification.....	27
II.8. Stabilisation/solidification par des liants hydrauliques.....	28
II.8.1. Liants hydrauliques.....	28
II.8.1.1. Hydratation du ciment portland.....	28
II.8.1.2. Caractéristiques de la matrice de ciment hydratée.....	29
a)Caractéristiques physiques de la matrice ciment.....	29
b) Mécanismes de rétention des métaux lourds.....	30
II.9. Avantage de la stabilisation et solidification au liant hydraulique ciment.....	31
II .10. Conclusion.....	31

CHAPITRE III :

PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

III.1. Echantillonnage.....	34
III.2.Préparation de poudre a analyser.....	34
III.2.1.Concassage	35
III.2.2. Quartage et homogénéisation.....	35
a)Homogénéisation.....	35
b) Quartage.....	35
III.2.3. Broyage.....	38
III.2.4 Granulométrie par tamisage :.....	38
III.2.5Granulométrie par laser :.....	39
III.2.6. Calcul des différents coefficients	39
III.3.Composition minéralogique.....	40

III.3.1. Analyse par Diffraction des Rayons X (DRX).....	40
III.3.1.1. Principe.....	41
III.3.2. Analyse Par Infra Rouge.....	42
III.3.2.1. Préparation Des Echantillons.....	43
III.3.2.2. Le principe fonctionnel.....	43
III.3.3. Spectrophotométrie D'absorption Atomique (SAA).....	43
III.3.3.1. Principe.....	44
III.3.3.2. Mode opératoire.....	44
III.3.4. Spectrophotométrie UV-Visible.....	45
III.3.4.1. Principe.....	45
III.4. Toxicity characteristic leaching procedure (TCLP).....	45
III.4.1. Principe.....	45
III.4.2. Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide.....	45
III.4.3. Préparation de l'échantillon pour la lixiviation.....	46
III.4.3.1. Mode opératoire.....	46
III .5 .Dosage des chlorures.....	47
➤ Principe.....	47
➤ Mode opératoire.....	47
➤ Expression des résultats.....	47
➤ Les matériaux.....	47
III .6. Test de l'influence du pH sur la solubilisation des polluants (IpH).....	48
a) Principe du test.....	48
b) Titrage préliminaire.....	48
c) Protocole expérimental.....	49

III.7 Test l'eau de pore (EP).....	49
III.7.1 Principe du test.....	49
III.7.2 Protocole expérimental.....	50
III.8. Test de fraction maximale mobilisable (FMM).....	50
III.8.1 Principe du test.....	50
III.8.2 Protocole expérimental.....	50
III.9. Test de lixiviation sur monolithe (TLM).....	51
III.9.1 Principe du test.....	51
III.9.2 Protocole expérimental.....	51
III-10. Méthodes de caractérisation des matériaux.....	51
III.10.1 Caractérisation physiques- Humidité des matériaux.....	51
III.11. Les Formulations :.....	52
III.11.1. Formulation d'une pâte de ciment :.....	52
III.11.2. Mode opératoire :.....	54
III.11.2. Préparation des éprouvettes	55
III.11.3. Préparation des matrices monolithiques	55
III.11.3.1 Préparation des monolithes.....	55
III.11.4. Temps de début et fin de prise.....	56
III.11.5. Essais mécaniques.....	56
III.11.5.1 Mesure des résistances à la compression et à la flexion :.....	56
a .Objectif de l'essai.....	56
b.Principe de l'essai.....	56
c. Essai de rupture par flexion.....	57

d. Essai de compression.....	57
------------------------------	----

CHAPITRE IV :

Résultats et discussions

INTRODUCTION.....	57
IV.1.l'analyse granulométrique.....	57
IV.1.1.La granulométrie de déchet.....	57
IV.1.1.La granulométrie de déchet initial	57
IV.1.2.La granulométrie de déchet <2	59
IV.1.3.La granulométrie de déchet <0.1	61
IV.1.2.Caractéristique de sable normalisé.....	62
IV.3.Caractéristique de ciment CEM I	63
IV.4. Analyse Infrarouge.....	64
a.Analyse IR du ciment utilisé	65
b. pour le dechet industriel	66
IV.5.Toxicity characteristic leaching procedure (TCLP).....	67
IV.6. Spectrophotométrie D'absorption Atomique (SAA).....	67
IV.7.Les Formulations.....	68
IV.7.1.Préparation des éprouvettes	68
IV.7.2.Préparation des matrices monolithiques	69
IV.7.3.Résistances mécaniques.....	69
IV.8.Méthodes de caractérisation des matériaux.....	71
IV.8.1.Caractérisation physiques- Humidité des matériaux.....	71
IV.8.2 : Composition chimique	73
-Les courbes d'étalonnages.....	74

IV.9.Conclusion.....74

LISTE DES SYMBOLES

S/S : Stabilisation/Solidification

CaO : la chaux

SiO₂: Silice

Al₂O₃: l'alumine

Fe₂O₃ : Oxyde de fer

Zn : Zinc

Ni : Nickel

Pb : Plomb

Cd : Cadmium

Cu : Cuivre

Cr : Chrom

Co : Cobalt

Mn : Manganèse

Fe : Fer

Ca-OH : Oxyde de calcium

Fe-OH : Oxyde de Manganèse

CEM I: Ciment Portland

CEM II A ou B : Ciment Portland composé

CEM III A, B ou C : Ciment de haut-fourneau

CEM IV A ou B : Ciment de type pouzzolanique.

CEM V A ou B : ciment composé

CPA : Ciments Portland Artificiels

CPJ : Ciments Portland Composés

CHF : Ciments de Hauts Fourneaux

CLK : Ciments de Laitier au Clinker

CLX : Ciment de Laitier à la Chaux

CP : Ciments prompts

CNP : Ciment prompt naturel

IpH: Test de l'influence du pH

FMM : Test de Fraction Maximale Mobilisable

EP : Test de l'Eau de Pore

TLM : Test de Lixiviation sur Monolithe

TCLP : toxicity characteristic leaching procedure

IR : Spectrométrie Infrarouge

DRX : Diffraction des Rayons X

L/S : rapport du Liquide sur Solide

G : Pâte géopolymère

P : Pate de ciment

Rf : Resistance a la flexion

Rc: Resistance a la compression

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I

Figure I.1 : Schéma synoptique de fabrication du ciment06

CHAPITRE II

Figure II 1 : Piégeage mécanique de déchet.....25

CHAPITRE III

Figure III.1 : Concasseur a mâchoire.....35

Figure III.2 : représentation du premier et deuxième quartage.....36

Figure III.3 : broyeur.....38

Figure III.4 : mortier.....38

Figure III.5: Une tamiseuse.....39

Figure III.6 : schéma simplifié de l'unité optique d'une granulométrie laser.....39

Figure III.7 : la machine DRX.....42

Figure III.8 : schéma représentatif de principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre IR.....43

Figure III.9 : Moules utilisés dans la préparation des matrices cimentaires.....53

Figure III.10 : sable normalise.....53

Figure III.11 : Le malaxeur utilisé dans la préparation des matrices cimentaire.....53

Figure III.12 :préparation des matrices cimentaire $(4*4*16)\text{cm}^3$ et $(4*4)\text{cm}^2$ 55

CHAPITRE IV

Figure IV .1 : la courbe granulométrique du déchet initial.....58

FigureIV .2 : la courbe granulométrique du déchet $<2\text{mm}$60

FigureIV .3 : la courbe granulométrique du déchet $<0.1\text{mm}$61

Figure IV.4 : la courbe granulométrique du sable.....62

Figure IV. 5 : DRX du ciment analysé.....64

Figure IV.6 : Spectre infrarouge de ciment.....	65
Figure. IV.7 : Spectre infrarouge de déchet industriel.....	66
Figure IV.8 : les matrices cimentaire de dimensions (4*4*4 cm3).....	69
Figure IV.9 : résistance mécaniques à 7eme jour.....	70
Figure IV.10 : les matrices cimentaire friable.....	70
Figure IV.11 : résistance mécaniques à 28eme jour.....	71
Figure IV.12 : résultats de % d'humidité des deux échantillons.....	72

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE I

Tableau I.1. Classification des roches carbonatées et argileuses.....	02
Tableau I. 2. Composition chimique du clinker.....	03
Tableau. I.3. Composition minéralogique du clinker.....	04
Tableau I.4 : classification des déchets radioactifs.....	16

CHAPITRE II

Tableau II 1 : Proportion des principaux produits d'hydratation du ciment portland.....	29
--	----

CHAPITRE III

Tableau III.1 : représentation des taille des grain et la masse retenu dans chaque tamis.....	34
Tableau III.2. Formulation d'une pâte de ciment.....	53

CHAPITRE IV

Tableau IV.1 : Analyse granulométrique par tamisage du déchet initial.	57
Tableau IV.2. Résultats des coefficients.....	58
Tableau IV.3 : La granulométrie du déchet de $d < 2$ mm.....	59
Tableau IV.4. Résultats des coefficients.....	60
Tableau IV.5 : L'analyse granulométrie par laser du déchet de diamètre $d < 0.1$ mm	61
Tableau IV.6. Résultats des coefficients.....	62
Tableau IV.7 : la granulométrie de sable normalisé.....	62
Tableau IV.8. Résultats des coefficients.....	63
Tableau IV.9. Les caractéristiques de ciment CEM I.....	63
Tableau IV.10. Identification des bandes observées sur les spectres IR du ciment	65
Tableau IV.11. Identification des bandes observées sur les spectres IR du déchet.....	66
Tableau IV.12. Résultats de mesure du pH des solutions après lixiviation.	67
Tableau IV.13. : Résultats d'analyses chimiques par SAA des solution de lixiviation acidifiées à $\text{pH} = 2$	68
Tableau IV.14: les résultats d'essais mécaniques à la flexion et à la compression au 7 ^{ème} jour.....	70
Tableau IV.15: les résultats des résistances mécaniques à la flexion et à la compression en	

28 eme jour.....	71
Tableau IV.16 : résultats d'humidité des matériaux.....	72
Tableau IV.17 : résultats chimique des matières mises en solution par voie acide (eau régale).....	73

Introduction générale

La protection de l'environnement devient de plus en plus une préoccupation collective. La question des déchets est quotidienne et touche chaque être humain tant sur le plan professionnel que familial. En qualité de consommateur, producteur, usager du ramassage des ordures et trieur de déchets recyclables, citoyen ou contribuable, chacun peut et doit être acteur d'une meilleure gestion des déchets. Dans une vision intégrée de développement durable, la problématique des déchets ne peut pas être traitée comme un objet isolé, ni même se limiter aux seuls aspects de valorisation et d'élimination. Elle doit être placée dans une perspective holistique de gestion des risques et des ressources, qui couvre tout le cycle de vie du déchet, depuis sa génération jusqu'au traitement ultime. Elle anticipe le déchet dès le stade projet, inclut les stratégies de réduction à la source, de valorisation et d'élimination et vise à la maîtrise des flux tout au long du procédé aboutissant au déchet.

Le déchet objet de notre travail est gardé inconnu et est préalablement calciné au niveau de l'usine dont il est issu.

L'objectif de ce travail, réalisé au laboratoire de technologie des matériaux et de génie des procédés de l'université de Béjaia, est d'étudier la caractérisation des propriétés physico-chimiques du déchet ultime et la proposition des solutions à cette problématique, parmi lesquelles envisagées un traitement par Stabilisation/Solidification à l'aide de liants hydrauliques. Cette technique de traitement est employée pour diminuer la surface à travers laquelle se font les transferts ou les pertes de polluants et de limiter la solubilité et/ou la mobilité des constituants. Cette étude est faite à l'aide des différents tests de lixiviation tels que TLM, FMM, TCLP,...

Il y a lieu de remarquer qu'une bonne partie des essais et autres caractérisations sont effectués dans d'autres laboratoires de l'université de Béjaia, laboratoires extérieurs ainsi qu'au niveau de certains laboratoires de l'université de Sétif.

Afin de mener à bien cette étude, nous avons réparti ce travail en quatre parties essentielles. En premier lieu, nous avons exposé une revue des généralités sur les ciments et déchets. La deuxième partie est particulièrement consacrée aux procédés de traitements des déchets par stabilisation solidification. L'essentiel du travail à effectuer sur les matériaux intervenant dans cette partie expérimentale et les différents processus de conception et de traitements sont étalés dans la partie protocoles expérimentaux. C'est dans la dernière partie que seront discutés les différents résultats obtenus à l'issue de ce travail et on terminera ce projet par une conclusion et éventuellement, des recommandations.

Chapitre I

Généralité

I. Le ciment

I.1 Introduction

Les Romains furent sans doute les premiers à fabriquer des liants hydrauliques susceptibles de durcir sous l'eau. Pour cela, ils mélangeaient de la chaux et des cendres volcaniques de la région de pouzzoles. C'est de là qu'est venu le terme bien connu de « pouzzolanique », qui se dit d'un matériau capable, en présence d'eau, de fixer la chaux [1].

En revanche, cette propriété d'hydraulicité du mélange ainsi constitué est restée totalement inexpliquée jusqu'aux travaux de Louis Vicat qui élabore, en 1817, la théorie de l'hydraulicité et fait connaître le résultat de ses recherches. Il donne des indications précises sur les proportions de calcaire et de silice nécessaires pour constituer le mélange qui, après cuisson à la température convenable et broyage, sera un véritable liant hydraulique fabriqué industriellement : le ciment artificiel. L'industrie du ciment était née. Quelques années plus tard, en 1824, l'écossais Aspdin donnait le nom de portland au ciment qu'il fabriquait et qui égalait les performances de la pierre de cette région.

La première usine de ciment a été créée par Dupont et Demarle en 1846 à Boulogne-sur-mer. Le développement n'a pu se faire que grâce à l'apparition de matériels nouveaux : four rotatif et broyeur à boulets en particulier [1].

Les procédés de fabrication se perfectionnèrent sans cesse : en 1870, pour produire une tonne de clinker (constituant de base du ciment) il fallait 40 heures, actuellement, il faut environ 3 minutes. Le ciment s'est surtout développé à partir de 1950 (7,4 million de tonnes) du fait de l'essor du béton et des besoins de la construction. La production a progressé de façon régulière jusqu'en 1974, date à laquelle le niveau le plus haut a été atteint avec 33,5 Mt. En 2004, elle était de 21 Mt[1].

I.2. Définition du ciment

Le ciment est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium, résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et l'oxyde de fer (Fe₂O₃) .

Le ciment : est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réaction et processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau [2]. Il est classé actuellement sous la dénomination 'CEM' suivi d'un chiffre romain allant de I à V suivi d'une lettre majuscule en fonction de leur teneur en clinker et d'autres composants (chaux, pouzzolane, ...) [3, 4].

Le ciment est fait essentiellement à partir de quatre constituants :

1. Calcaire

Le carbonate de calcium (CaCO_3) est très répandu dans la nature. Sa dureté est définie par son âge géologique, plus sa formation est vieille, plus sa dureté est grande. Sa dureté varie entre 1,8 et 3,0 dans l'échelle de mohs et sa densité de 2,6 à 2,8. Plus le calcaire est blanc plus il est pur. Le calcaire renferme souvent des substances argileuses et des composés de fer.

2. Marne

La marne renferme dans sa structure le calcaire, la silice, les substances argileuses et l'oxyde de fer. Sa couleur varie du jaune au gris-noir. En fonction des proportions des composés carbonatés et argileux, on peut classer les roches de la manière suivante, selon le tableau I.1 sous dessous

Tableau I.1. Classification des roches carbonatées et argileuses.

Roches	% CaCO_3
Calcaire	96-100
Calcaire marneux	90-96
Marne calcaire	75-90
Marne	40-75
Marne argileuse	10-40
Argile marneuse	4-10

3. Adjuvants corrigeant

Ils sont ajoutés au mélange de matières dans le cas où la composition chimique n'est pas adéquate, d'exemple le sable et l'argile à grande teneur en silice sont utilisés dans le cas où la teneur en silice du mélange n'est pas suffisante.

En cas de manque d'oxyde de fer, on ajoute au mélange de matières premières, les cendres de pyrite, le minerai de fer etc.

4. Gypse

L'addition de gypse au clinker a pour but de régulariser la prise du ciment, notamment de ceux qui contiennent des proportions importantes d'aluminate tricalcique. Grâce à ce gypse, la prise du ciment, c'est-à-dire le début de son durcissement, s'effectue au plus tôt une demi-heure après le début de l'hydratation.

I.3. Fabrication du ciment

Le constituant principal des ciments est le clinker, qui est obtenu à partir de la cuisson d'un mélange approprié de calcaire et d'argile, en proportion moyenne 80% 20 % [1].

I.3.1. Généralité sur la matière première (clinker)

La matière première est une matière naturelle dosée, le plus souvent, c'est un mélange de différents matériaux qui, broyés finement constituent la farine crue, laquelle alimente le four. A la sortie de l'atelier de broyage, la farine crue doit avoir :

- Une humidité < 0,5
- Toutes les particules doivent être < 200 μ m.
- Un refus sur tamis de 90 μ m compris entre 12 et 14%. Après broyage, la farine crue est transportée vers les silos d'homogénéisation et de stockage. A ce niveau, la correction de la composition de la farine est possible

La farine extraite des silos est transportée vers la tour de préchauffage et y est chauffée de manière continue. On peut distinguer les paliers suivants pour obtenir un clinker de ciment portland:

- Évaporation de l'eau à 100 °C.
- Départ de l'eau combinée à l'argile à 450 °C.
- Dissociation complète des carbonates de calcium, à la pression atmosphérique à 894°C.
- Combinaison complète de la chaux avec l'argile à 1450 °c pour obtenir les silicates tricalcique et bi calcique de chaux, ainsi que l'aluminate de chaux et l'alumino-ferrite de chaux qui constituent le clinker.

I.3.1.1. Composition chimique du clinker

La composition chimique du clinker est donnée dans le tableau suivant I.2.

Tableau I. 2. Composition chimique du clinker [1].

Éléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Mn ₂ O	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O +K ₂ O	SO ₃	P ₂ O ₅
En %	16-26	4-8	2-5	0-3	0-0.5	58-67	1-5	0-1	0.1-2.5	0-1.5

I.3.1.2. Composition minéralogique du clinker

Les principaux minéraux que peut renfermer le ciment portland sont représentés dans le tableau sous dessous.

Tableau. I.3. Composition minéralogique du clinker.

Minéraux	Formule chimique	Symbole
Silicates tricalcique	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C_3S
Silicates bi calcique	$2\text{Ca O} \cdot \text{SiO}_2$	C_2S
Aluminates tricalcique	$3\text{Ca O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	C_3A
Alumino-ferrite tetracalcique	$4\text{CaO} \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3)$	C_4AF
Alumini-ferrite calcique	$2\text{CaO}(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3)$	$\text{C}_2(\text{A.F})$
Chaux libre	Ca O	C
Oxyde de magnésium libre	Mg O	M
Sulfates de métaux alcalins	$(\text{K. Na}) 2\text{SO}_4$	-
Sulfates de calcium	CaSO_4	-

I.3.1.3. Les minéraux du clinker

Les minéraux présents dans le clinker ne sont pas les combinaisons indiquées pures, C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF , mais des composés renfermant des petites quantités d'éléments étrangers et répondant aux appellations : alite, bélite et phases interstitielle (célite et félite).

I.3.2. Etapes de fabrication de ciment [2]

Les différentes étapes de la fabrication sont les suivantes :

I.3.2.1. Extraction

Les matières premières sont extraites de carrières généralement à ciel ouvert. Les blocs obtenus sont réduits, dans des concasseurs situés généralement sur les lieux mêmes de l'extraction, en éléments d'une dimension maximale de 50 mm.

I.3.2.2. Préparation de la matière première

Les grains de calcaire et d'argile sont intimement mélangés par broyage ou délayage, dans des proportions définies, en un mélange très fin, le « cru ». cette matière première est préparée sous forme de poudre. La pré-homogénéisation permet d'atteindre un dosage parfait des deux

constituants essentiels du ciment par superposition de multiples couches. A la sortie du hall de pré-homogénéisation, le mélange est très finement broyé dans des broyeurs sécheurs, qui éliminent l'humidité résiduelle et permettent d'obtenir une poudre qui présente la finesse requise ; cette poudre, le « cru », est une nouvelle fois homogénéisée par fluidisation.

I.3.2.3. Cuisson du cru

Quelle que soit la technique de fabrication utilisée pour élaborer le cru les installations de cuisson sont similaires et comportent deux parties :

- **Pré-calcination** : un échangeur de chaleur comportant une série de quatre à cinq cyclones dans lesquels la poudre déversée à la partie supérieure progresse jusqu'à l'entrée du four. Elle se réchauffe au contact des gaz chauds sortant de ce four. Une décarbonatation (réaction chimique) a lieu. La poudre est ainsi portée à une température d'environ 800 °C à 1 000 °C.

- **Clinkérisation** : un four horizontal rotatif cylindrique en tôle d'acier (avec revêtement réfractaire intérieur) de 60 à 90 m de long, de 4 à 5 m de diamètre, légèrement incliné et tournant de 1 à 3 tours/minute. La matière pénètre à l'amont du four où s'achève la décarbonatation, et progresse jusqu'à la zone de clinkérisation (environ 1 450 °C). Le temps de parcours est de l'ordre de 1 heure. Sous l'effet de la chaleur, les constituants de l'argile, principalement composée de silicates d'alumine et d'oxydes de fer, se combinent à la chaux provenant du calcaire pour donner des silicates et des aluminates de calcium. Tout en améliorant la qualité des produits, les industriels ont fortement réduit au cours des dernières années la consommation d'énergie nécessaire à la cuisson, qui est de plus en plus apportée par des combustibles de substitution. En outre l'industrie cimentière contribue à la protection de l'environnement grâce au recyclage de produits industriels usagés inutilisables pour d'autres emplois.

I.3.2.4. Broyage du clinker

A la fin de la cuisson, la matière brusquement refroidie se présente sous forme de granules qui constituent le clinker. Celui-ci finement broyé avec du gypse, dont les pourcentages déterminent les différents de qualités de ciment.

I.3.2.5. Contrôle qualité

A chacune des étapes de la transformation de la matière, des échantillons automatiquement prélevés et analysés de façon très rigoureuse.

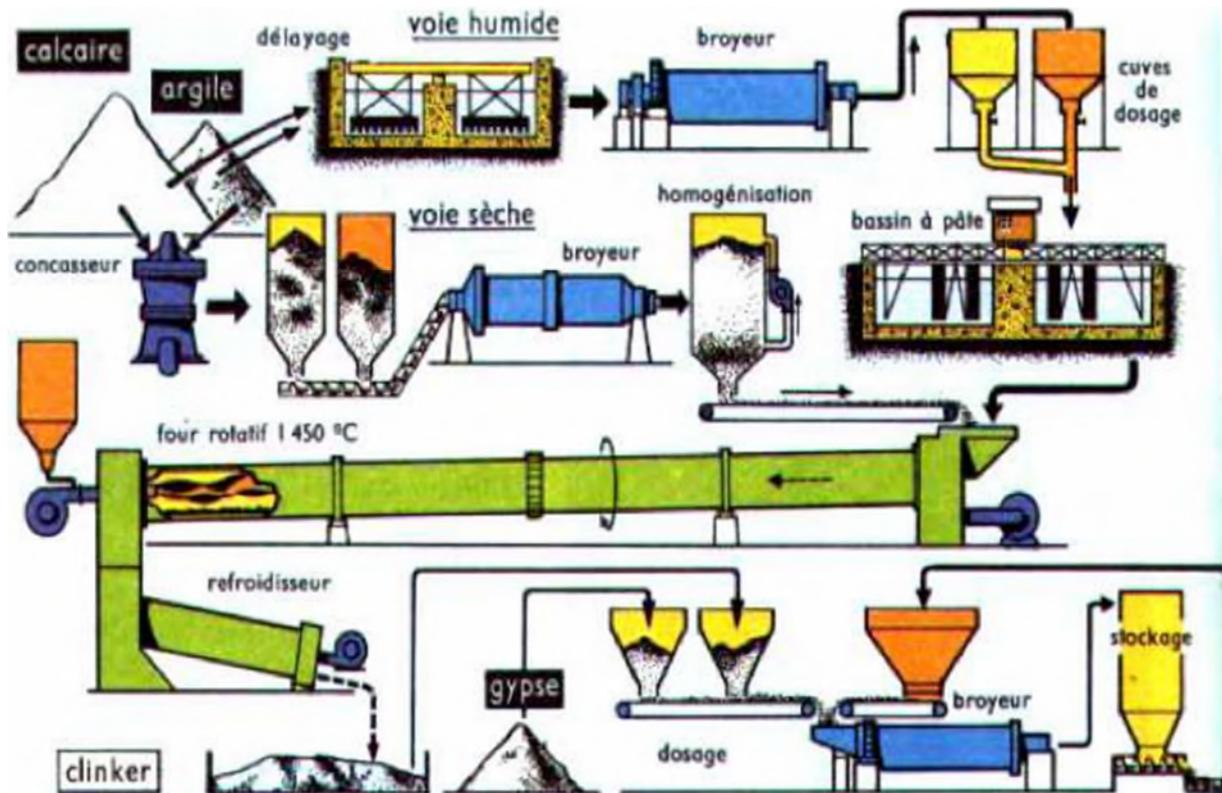


Figure I.1 : Schéma synoptique de fabrication du ciment [3].

I.4. Prise et durcissement du ciment

Les réactions qui se passent dès le début du gâchage et se poursuivent dans le temps sont extrêmement complexes. Le ciment portland contient quatre constituants principaux : le silicate tricalcique $3\text{CaO}, \text{SiO}_2$ (ou, par abréviation, C_3S) ; le silicate bi-calcique $2\text{CaO}, \text{SiO}_2$ (ou C_2S) ; l'aluminate tricalcique $3\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3$ (ou C_3A) ; l'alumino ferrite tétra-calcique $4\text{CaO}, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{Fe}_2\text{O}_3$ (ou C_4AF).

Ces constituants anhydres donnent naissance, en présence d'eau, à des silicates et des aluminates de calcium hydratés ainsi que de la chaux hydratée dite portlandite formant un gel microcristallin, à l'origine du phénomène dit de « prise ». C'est le développement et la multiplication de ces microcristaux dans le temps qui expliquent l'augmentation des résistances mécaniques. Le ciment durci est une véritable « roche artificielle » qui évolue dans le temps et en fonction des conditions extérieures. Avant d'atteindre son stade final, l'évolution du ciment passe par trois phases successives.

I.4.1. Phase dormante

La pâte de ciment (ciment + eau) reste en apparence inchangée pendant un certain temps (de quelques minutes à plusieurs heures suivant la nature du ciment et la température). En fait, dès le malaxage, les premières réactions se produisent, mais elles sont ralenties par la présence du gypse.

I.4.2. Début et fin de prise

Après une à deux heures pour la plupart des ciments, on observe une augmentation brusque de la viscosité : c'est le début de prise, qui est accompagné d'un dégagement de chaleur. La fin de prise correspond au moment où la pâte cesse d'être déformable et se transforme en un matériau rigide

I.4.3. Durcissement

On a l'habitude de considérer le durcissement comme la période qui suit la prise et pendant laquelle l'hydratation du ciment se poursuit. La résistance mécanique continue à croître très longtemps, mais la résistance à 28 jours est la valeur conventionnelle.

I.5. Principales caractéristiques du ciment

Le ciment se caractérise par un certain nombre de critères mesurés de façon conventionnelle, soit sur la poudre, soit sur la pâte, soit sur le « mortier normal » (mélange normalisé de ciment, de sable et d'eau défini par la norme NF EN 196-1).

I.5.1. Caractéristiques de la poudre

a) Surface spécifique : (finesse Blaine) permet de mesurer la finesse de mouture d'un ciment. Elle est caractérisée par la surface spécifique ou surface développée totale de tous les grains contenus dans un gramme de ciment (norme NF EN 1966). Elle s'exprime en cm^2/g . Suivant le type de ciment, cette valeur est généralement comprise entre 2800 et 5000 cm^2/g .

b) Masse volumique apparente : représente la masse de la poudre par unité de volume (vides entre les éléments inclus). Elle est de l'ordre de 1100-1800 kg/m^3 en moyenne pour un ciment.

c) La masse volumique absolue : représente la masse de la poudre par unité de volume (vides entre les éléments exclus). Elle varie de 2 900 à 3150 kg/m^3 suivant le type de ciment.

I.5.2. Caractéristiques mesurées sur pâte ou sur « mortier normal »

1) Le début de prise : est déterminé par l'instant où l'aiguille de vicat ; aiguille de 1 mm^2 de section pesant 300 g ; ne s'enfonce plus jusqu'au fond d'une pastille de pâte pure de ciment. Les modalités de l'essai font l'objet de la norme NF EN 196-3. Suivant les types de ciment, le temps de début de prise doit être supérieur à 45 minutes ou à 1 heure.

2) L'expansion : se mesure suivant un essai normalisé (norme NF EN 196-3) et grâce aux aiguilles de Le chatelier. Il permet de s'assurer de la stabilité du ciment. L'expansion ne doit pas être supérieure à 10 mm sur pâte pure pour tous les ciments (conformément à la norme NF EN 197-1).

3) Les résistances mécaniques : mesurées sur éprouvettes de mortier normal, caractérisent de façon conventionnelle la résistance du ciment définie par sa valeur nominale. Cette valeur est la limite inférieure de résistance en compression à 28 jours.

I.6. Différents types de ciments et les domaines d'utilisations [4]

I.6.1. Ciments portland

➤ **Le ciment portland : CEM I :**

Il contient au moins 95 % de clinker et au plus 5 % de constituants secondaires. Les CEM I conviennent pour le béton armé ou le béton précontraint où une résistance élevée est recherchée.

➤ **Le ciment portland composé : CEM II/A ou B :**

Il contient au moins 65 % de clinker et au plus 35 % d'autres constituants : laitier de haut fourneau, fumée de silice (limitée à 10 %), pouzzolane naturelle, cendres volantes, calcaires, constituants secondaires... Les CEM II sont bien adaptés pour les travaux massifs.

➤ **Le ciment de haut fourneau : CEM III :**

Il contient entre 36 et 95 % de laitier et 5 à 64 % de clinker. Les CEM III sont bien adaptés aux travaux hydrauliques souterrains, aux fondations et aux travaux en milieu agressif

➤ **Le ciment de type pouzzolanique : Le CEM IV A ou B :**

Avant l'introduction de la NF EN 197-1, il était connu sous l'appellation CPZ

➤ **Le ciment au laitier et aux cendres : CEM V/A ou B :**

Il contient de 20 à 64 % de clinker, de 18 à 50 % de cendres volantes et de 18 à 50 % de laitier. Les CEM V sont bien adaptés aux travaux hydrauliques souterrains, aux fondations et aux travaux en milieu agressif.

I.6.2. Autres ciments[4]

I.6.2.1. Ciment prompt naturel (CNP) NF P 15314

Le ciment prompt naturel est un produit, à prise rapide, et à résistances élevées à très court terme. La résistance du « mortier 1/1 » (une partie de ciment pour une partie de sable en poids) à 1 heure est de 6 MPa .

Le début de prise commence à environ 2 mn, s'achève pratiquement à 4 mn. Le ciment prompt naturel s'utilise en mortier avec un dosage généralement de deux volumes de ciment pour un volume de sable, et éventuellement en béton. Dans les cas d'urgence nécessitant une prise

immédiate (aveuglements de voies d'eau), il est possible de l'employer en pâte pure. Parmi les nombreux emplois, on peut citer :

- scellements ;
- enduits de façade (en mélange aux chaux naturelles), bétons projetés, moulages ;
- colmatage et travaux à la mer quelques précautions sont à prendre lorsqu'on emploie du ciment prompt naturel : ne pas rebattre un mortier ou lisser un enduit pour ne pas « casser » la prise ; éviter particulièrement l'excès d'eau.

I.6.2.2. Ciment alumineux fondu (CA) NF P 15315

Le ciment alumineux fondu est particulièrement adapté aux domaines suivants :

- travaux nécessitant l'obtention, dans un délai très court, de résistances mécaniques élevées (poutres et linteaux pour le bâtiment, sols industriels) ;
- ouvrages en milieux agricoles, canalisations, assainissement ;
- fours, cheminées (bétons réfractaires) ;
- travaux de réparation ;
- scellements (en mélange avec du ciment portland pour la préparation de mortiers à prise réglable)

I.6.2.3. Ciment à maçonner (CM) NF P 15307

Ces ciments, dont les résistances sont volontairement limitées par rapport aux ciments classiques, conviennent bien pour la confection des mortiers utilisés dans les travaux de bâtiment (maçonnerie, enduits, crépis...). Ils peuvent être également utilisés pour la fabrication ou la reconstitution de pierres artificielles. Ces ciments ne conviennent pas pour les bétons à contraintes élevées ou les bétons armés.

I.6.2.4. Le ciments blancs

La teinte blanche est obtenue grâce à des matières premières très pures (calcaire et kaolin) débarrassées de toutes traces d'oxyde de fer. Les caractéristiques sont analogues à celles des ciments portland gris (norme NF EN 1971). Grâce à sa blancheur, le ciment blanc permet la mise en valeur des teintes des granulats dans les bétons apparents. La pâte peut être elle-même colorée à l'aide de pigments minéraux, ce qui fournit des bétons avec une grande variété de teintes tant pour les bétons de structure que pour les bétons architectoniques et les enduits décoratifs. La composition du béton doit être bien étudiée en fonction des granulats et des effets recherchés.

I.7. Ciments portland

I.7.1. Définition

Le ciment (du latin caementum), c'est à dire pierre taillée) portland est une matière pulvérulente formant avec de l'eau ou une solution saline une pâte plastique liante, capable d'agglomérer, en durcissant, des substances variées. C'est aussi une gangue hydraulique durcissant rapidement et atteignant en peu de jours son maximum de résistance. Ce durcissement est dû à l'hydratation de certains composés minéraux, notamment les silicates et les aluminates de calcium.

I.7.2. Principaux constituants

Le composé de base des ciments portland est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et l'oxyde de fer (Fe₂O₃). La chaux est apportée par les roches calcaires et l'alumine, la silice et l'oxyde de fer par les argiles

I.7.3. Principe de fabrication

La fabrication de ciment portland comporte les trois opérations suivantes :

- préparation du cru.
- cuisson.
- broyage et conditionnement.

Il existe quatre méthodes de fabrication du ciment portland qui dépendent essentiellement de la matière première :

- fabrication par voie humide (la plus ancienne) ;
- fabrication par voie semi-humide (en partant de la voie humide) ;
- fabrication par voie sèche (la plus utilisée) ;
- fabrication par voie semi-sèche (en partant de la voie sèche).

Le principe de fabrication consiste à concasser et à homogénéiser le mélange de calcaire (80 %) et d'argile (20 %) extraits des carrières. Le produit obtenu est ensuite chauffé dans un four. Au début du chauffage, on provoque le départ d'eau de mouillage, puis celui de l'eau de constitution. Autour de 600 °C commence la décomposition du calcaire (CaCO₃) en gaz carbonique (CO₂) et en chaux (CaO) et les oxydes se combinent en début de fusion pour former les silicates et les aluminates hydrauliques :

- silicate tricalcique, 3CaO. SiO₂ noté C₃S représente 50 à 70 % du clinker ;
- silicate bi calcique, 2CaO. SiO₂ noté C₂S (10 à 30 % du clinker) ;
- aluminate tricalcique, 3CaO. Al₂O₃ noté C₃A (2 à 15 % du clinker) ;
- l'alumino-ferrite tétra calcique, 4CaO. Al₂O₃. Fe₂O₃ noté C₄AF (5 à 10 % du clinker)

Le mélange est porté à haute température (1400-1500 °C) dans un four rotatif et le produit obtenu, après refroidissement rapide (trempe) est le clinker qui est finalement broyé pour donner un ciment aux propriétés hydrauliques actives. Ce broyage s'effectue dans des broyeurs à boulets. Lors de cette étape, le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 3 à 5 %, indispensable à la régulation de la prise du ciment est ajouté au clinker et l'on obtient le ciment Portland.

Lors du broyage, on pourra associer au clinker d'autres constituants qui peuvent modifier les propriétés du ciment grâce à leurs caractéristiques chimiques et physiques. Dans la mesure où ils sont des sous produits d'autres industries, ils contribuent ainsi à baisser le prix de revient du matériau obtenu. Ces constituants sont :

- ✓ le laitier granulé de haut fourneau. C'est le sous-produit de l'industrie métallurgique ayant des propriétés hydrauliques. Il est obtenu par refroidissement rapide (trempe) de certaines scories fondues provenant de la fusion du minerai de fer dans un haut fourneau ;
- ✓ les pouzzolanes naturelles. Ce sont des substances d'origine volcanique ou des roches sédimentaires ayant une composition appropriée ;
- ✓ les cendres volantes. Elles proviennent du dépoussiérage des gaz de combustion des centrales thermiques alimentées au charbon ou les schistes calcinés. Ce sont des schistes que l'on porte à une température d'environ 800 °C dans un four. Finement broyés, ils présentent de fortes propriétés hydrauliques et pouzzolaniques ;
- ✓ les fumées de silice. Ce sont des sous-produits de l'industrie du silicium et de ses alliages. Elles présentent des propriétés pouzzolaniques ;
- ✓ les fillers. Ce sont des constituants secondaires des ciments, c'est-à-dire qu'ils ne peuvent jamais excéder 5 % en masse dans la composition du ciment. Ce sont des matières minérales, naturelles ou artificielles qui agissent par leur granulométrie sur les propriétés physiques des liants hydrauliques (maniabilité, pouvoir de rétention d'eau).

I.7.4. Principales catégories de ciments Portland

Les ciments Portland peuvent être classés en fonction de leur composition et de leur résistance à la compression.

I.7.4.1. Classification en fonction de leur composition

On distingue principalement :

- ✓ les ciments CPA (Ciments Portland Artificiels);
- ✓ les ciments CPJ (Ciments Portland Composés) qui contiennent au moins 65 % de clinker, ils sont les plus utilisés ;

- ✓ les ciments CHF (Ciments de Hauts Fourneaux) qui contiennent entre 60 à 75 % de laitier de hauts fourneaux ;
- ✓ les ciments CLK (Ciments de Laitier au Clinker) qui contiennent 80 % de laitier de Haut fourneau ;
- ✓ les ciments CLX (Ciment de Laitier à la Chaux) ; - les ciments prompts (CP).

I.7.4.2. Classification en fonction de leur résistance à la compression

Il existe quatre classes majeures :

- les ciments de classe 35, de la norme française NF-P-15-301. Ils sont utilisés en maçonnerie légère et ne supportent pas de trop fortes contraintes. Au Cameroun, ils sont produits par CIMENCAM (Les cimenteries du Cameroun) et ils contiennent 65 % de clinker, 30 % de scorie volcanique et 5 % de gypse ;
- les ciments de classe 45, de la norme NF-P-15-301, ils sont utilisés dans des constructions en béton armé pour réaliser des structures de bâtiments. Dans les sociétés de Cimenteries du Cameroun (CIMENCAM), ils sont constitués de particules inférieures à 100 μm et sont composés de 95 % de clinker et 5 % de gypse.
- les ciments de classe 55 et HP (Haute Performance) qui sont principalement utilisés pour de gros travaux de génie civil et pour des pièces en béton devant supporter de très fortes contraintes ;
- les ciments de classe 42,5 de marque double hills, ils sont utilisés dans les BTP (Béton très haute Performance) au Cameroun.

I.7.5. Pâte du ciment Portland

I.7.5.1. Caractéristiques

La pâte de ciment est composée de ciment anhydre et d'eau. Elle joue un rôle très important car elle permet de consolider les squelettes granulaires du béton. Elle est l'un des paramètres qui influencent la qualité, le prix et les propriétés mécaniques du béton. Les caractéristiques principales de la pâte de ciment sont :

- Consistance qui est sa plus ou moins grande fluidité. Elle évolue au cours du temps. Pour pouvoir étudier la consistance en fonction des différents paramètres, il faut pouvoir partir d'une consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées.
- Stabilité qui permet d'apprécier l'augmentation de volume.
- Temps de prise qui est la propriété qu'ont les liants hydrauliques de passer d'une consistance fluide à une consistance visqueuse quand ils sont associés à de l'eau. Il dépend de plusieurs paramètres et il varie suivant la composition chimique et la finesse de mouture du ciment étudié ; il dépend aussi de la température ambiante. Sa mesure consiste à suivre l'évolution de la

consistance normalisée à l'aide de l'appareil de Vicat équipé d'une aiguille de 1,13 mm de diamètre.

- Résistances mécaniques Elles doivent être suffisantes en compression, en flexion et peuvent être améliorées grâce à un bon malaxage de la pâte.

I.7.5.2. Principales applications

En général, la pâte pure de ciment est peu utilisée. On peut cependant l'utiliser :

- pour les travaux souterrains pour le remplissage de grosses cavités ;
- en injection dans les failles et les grosses fissures dans les roches ;
- pour le calage des voussoirs préfabriqués (dans la réalisation des tunnels)
- pour les voiles d'étanchéité dans le sol (cas des barrages) par injection dans un squelette de granulats mis en place au préalable ;
- pour le scellement de tirants d'ancrage, scellement et calage de machines ;
- pour la consolidation de dalles ;
- pour la réalisation des sols semi-rigides en injection dans le cas des puits de pétrole, etc.

I.8. Conclusion

Le ciment est la substance la plus consommée par l'homme après l'eau. Si son procédé de fabrication est universel, le matériau n'en demeure pas moins complexe avec cinq grands types de ciment répondant chacun à des applications bien spécifiques :

o Le CEM I ou ciment Portland o Le CEM II A ou B ou Ciment Portland composé o Le CEM III A ou B ou ciment de haut-fourneau, C ou ciment de haut-fourneau o Le CEM IV A ou B est un ciment de type pouzzolanique. o Le CEM V A ou B ou ciment composé .

L'industrie cimentière met aujourd'hui à la disposition l'utilisateur un grand nombre de ciments qui présentent des caractéristiques bien définies et adaptées à des domaines d'emploi déterminés.

La gamme étendue de résistance, de nature ou de vitesse de prise et de durcissement répond aux usages très divers qui sont fait du béton sur chantier ou en usine, dans le bâtiment ou les travaux publics.

II. Les déchets

Introduction

Selon le code de l'environnement (art. L544-1), un déchet est tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement tout bien, meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon. Autrement dit, tout élément qui est abandonné est un déchet. Ce n'est pas pour autant que cet élément est inutilisable, en l'état ou après modification. Seuls ceux qui sont qualifiés de déchets ultimes sont réellement inutilisables et doivent être stockés pour éviter des pollutions de l'environnement.

II.1 – Définitions

La notion de déchets peut être définie de différentes manières. Selon la Loi N°01-19 du 12/12/2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets, elle définit (officiellement) les définitions des différents types de déchets comme suit :

« Déchets : tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation et plus généralement toute substance, ou produit et tout bien meuble dont le propriétaire ou le détenteur se défait, projette de se défaire, ou dont il a l'obligation de se défaire ou de l'éliminer. »

« Déchets ménagers et assimilés : tous déchets issus des ménages ainsi que les déchets similaires provenant des activités industrielles, commerciales, artisanales et autres qui, par leur nature et leur composition, sont assimilables aux déchets ménagers. »

« Déchets encombrants : tous déchets issus des ménages qui en raison de leur caractère volumineux ne peuvent être collectés dans les mêmes conditions que les déchets ménagers et assimilés. »

« Déchets spéciaux : tous déchets issus des activités industrielles, agricoles, de soins, de services et toutes autres activités qui, en raison de leur nature et de la composition des matières qu'ils contiennent, ne peuvent être collectés, transportés et traités dans les mêmes conditions que les déchets ménagers et assimilés et les déchets inertes. »

« Déchets spéciaux dangereux : tous déchets spéciaux qui, par leurs constituants ou par les caractéristiques des matières nocives qu'ils contiennent, sont susceptibles de nuire à la santé publique et/ou à l'environnement ».

« Déchets d'activité de soins : tous déchets issus des activités de diagnostic, de suivi et de traitement préventif ou curatif, dans les domaines de la médecine humaine et vétérinaire. »

« Déchets inertes : tous déchets provenant notamment de l'exploitation des carrières, des mines, des travaux de démolition, de construction ou de rénovation, qui ne subissent aucune modification physique, chimique ou biologique lors de leur mise en décharge, et qui ne sont pas contaminés par

des substances dangereuses ou autres éléments générateurs de nuisances, susceptibles de nuire à la santé et/ou à l'environnement».

II.2 Classification des déchets [5]

II.2.1. selon Leur Nature

La classification des déchets d'après leur nature aboutit à trois catégories essentielles : déchets solides, déchets liquides et déchets gazeux.

II.2.2 Selon le mode de traitement et d'élimination

Les déchets solides sont regroupés en quatre grandes familles à savoir :

- **Les déchets inertes:** Généralement constitués d'éléments minéraux stables ou inertes au sens de leur incompatibilité avec l'environnement et qui proviennent de certaines activités d'extraction minières ou de déblais de démolition (terre, gravats, sables, stériles, ...etc.) ;
- **Les déchets banals :** Cette catégorie regroupe essentiellement des déchets constitués de papiers, plastique, cartons, bois produit par des activités industrielles ou commerciales et déchets ménagers ;
- **Les déchets spéciaux :** Ils peuvent contenir des éléments polluants et sont spécifiquement issus de l'activité industrielle (boues de peintures ou d'hydroxyde métallique, cendres d'incinération...etc.). Certains déchets sont aussi dits spéciaux lorsque leur production importante sur un même site entraîne des effets préjudiciables pour le milieu naturel (déchets des centrales thermiques, phosphogypse, ainsi que certains déchets provenant des laboratoires universitaires et hospitaliers...etc.) ;
- **Les déchets dangereux :** Issus de la famille des déchets spéciaux, ils contiennent des quantités de substances toxiques potentiellement plus importantes et présentent de ce fait beaucoup plus de risques pour le milieu naturel (poussières d'aciéries, rejets organiques complexes, bains de traitement de surface contenant soit du chrome, cyanure ou une forte acidité, les déchets de C.F.C. et mercuriels).

II.2.3 Selon le comportement et les effets sur l'environnement

A ce titre on distingue :

Les déchets inertes : Pouvant être différenciés suivant leur caractère plus ou moins encombrant, en débris plus ou moins volumineux jusqu'aux carcasses d'automobiles, chars, avions, bus,...etc.

- **Les déchets fermentescibles:** principalement constitués par la matière organique, animale ou végétale à différents stades de fermentation aérobies ou anaérobies.

- **Les déchets toxiques :** poisons chimiques ou radioactifs qui sont générés soit par des industries, soit par des laboratoires ou tout simplement par des particuliers qui se débarrassent avec leurs

ordures de certains résidus qui devraient être récupérés séparément (ex : flacons de médicaments, seringues, piles et autres gadgets électroniques ...etc.)

II.2.4 Selon L'origine

Principalement cette classification comprend de grandes classes de déchets solides basée sur la source de déchets : déchets industriels et déchets urbains.

- **Les déchets industriels** : hormis les résidus assimilables aux ordures ménagères, tant par leur nature que par leur volume modeste, on distingue dans cette classe :
- **Les déchets inertes** : provenant de chantiers de construction, transformation des combustibles et de l'énergie (gravats, cendre, ...etc.), métallurgie (scorie, laitiers, mâchefers, ...etc.) ;
- **Les déchets des industries agricoles et alimentaires** ; Les déchets pouvant contenir des substances toxiques par des industries variables (ex. : ateliers artisanaux, galvanoplastie, chromage, miroiterie,...etc.).[7]
- **Les déchets radioactifs** : la classification des déchets radioactifs se fait selon les types et catégories suivantes :[8]

Tableau I.4 : classification des déchets radioactifs

Type de déche	La période
Type 1	$T < 6J$
Type 2	$T \leq T \leq 74J$
Type 3	$74J \leq T \leq 30ans$
Type 4	$T > 30 ans$ a l'exclusion du carbone 14 ($^{14}C^*$)

T : représente la période de décroissance d'un radioélément donné.

$^{14}C^*$ bien que la période de ce radioélément soit élevée, il y a lieu de l'assimiler au type 3 en raison de sa radio toxicité modérée et des faibles activités généralement utilisées.

Catégorie A : déchets solides combustibles ;

Catégorie B : déchets solides non combustibles ;

Catégorie C : déchets mixtes (flacons contenant moins de 20 ml de liquide) ;

Catégorie D : liquides aqueux ;

Catégorie E : liquides organiques ;

Catégorie F : déchets putrescibles ;

Catégorie G : sources scellées ;

- **Les déchets urbains** : A partir de la notion « d'ordure ménagère », vocable par lequel on désigne les résidus des ménages correspondant, de par leur origine et leur

nature, à une certaine limitation en quantité et en dimensions, on a été conduit du fait de l'évolution du niveau de vie répercuté par les caractéristiques quantitatives et qualitatives des déchets, à passer à la notion plus générale de résidus ou déchets urbains. Selon le mode d'enlèvement des déchets on distingue quatre catégories :

- ✓ Les déchets constitués par des éléments de faible dimension (ordures ménagères, ordures de marché, déchets artisanaux et commerciaux assimilables aux ordures ménagères)
- ✓ Les déchets hospitaliers qui, sans exceptions, font l'objet de collecte séparée ;
- ✓ Les déchets encombrant appelés aussi « monstre » constitués par des objets volumineux qui ont été réformés et mis au rebus (vielle baignoire, vieux sommier...etc.) ;
- ✓ Les souillures qui proviennent du nettoyage et du balayage des voies publiques (feuilles, branchage, déchets des plages, ...etc.).[7]

- **Les déchets ultimes** : la notion de déchet ultime s'applique à un déchet qui, à un moment donné, ne peut plus être valorisé de façon rentable ni sur le plan matériel, ni sur le plan énergétique.

Le déchet doit donc être stocké de manière définitive ou/et au moins jusqu'à ce que l'on découvre des moyens de le valoriser à nouveau dans le futur.

Parmi les déchets ultimes, on distinguera ceux qui ne contiennent plus aucune substance susceptible de brûler (carbone et hydrogène organiques) et dont on dira, dès lors, qu'ils ne sont plus revalorisables sur le plan énergétique. On distinguera également les déchets contenant encore des substances toxiques susceptibles d'être relarguées et dont il conviendra qu'elles ne se retrouvent pas dans les lixiviats, puis dans les sols et les eaux des lieux de stockage.

Lorsque l'on est en présence de tels déchets, il convient de les stabiliser, c'est-à-dire de les inclure dans une gangue imperméable aux toxiques relargables et d'une durée de vie suffisante pour assurer une protection durable des terrains où sont stockés ces déchets. Naturellement, les sites de stockage feront l'objet de contrôles réguliers pour s'assurer de la bonne tenue des gangues et de leur efficacité dans le temps.

Aujourd'hui, les déchets ultimes sont fixés dans diverses matrices comme les matières plastiques, les bitumes, les liants hydrauliques ou solidifiants, les vitrifiants et les minéraux naturels

reconstitués. Depuis peu on a développé des méthodes de stabilisation dite mécano-biologique qui porte essentiellement sur la partie non fermentescible des résidus de compostage. [8]

➤ Nature et prévenance des déchets ultimes

Les déchets admissibles dans un centre de stockage de déchets dangereux proviennent de processus industriels ou d'installation de dépollution : résidus de l'incinération, du traitement de déchets, de la métallurgie, de station d'épuration d'eaux industrielles, des déchets minéraux de traitement chimique, des déchets d'amiante, des terres souillées ..

Ils sont essentiellement solides, minéraux, avec un potentiel polluant constitué de métaux lourds peu mobilisables. Ils sont très peu réactifs, très peu évolutifs et très peu solubles.

Les déchets fermentescibles, liquides, radioactifs, à risques infectieux, non pelletables, pulvérulentes non conditionnés, explosifs, inflammables, et chauds où ayant une teneur en PCB (poly chlorobenzène) supérieure à 50 ppm en masse sont interdits sur ces sites .[9]

II.3 Gestion des déchets [10]

La gestion des déchets est toutes opérations de pré collecte, de collecte, de stockage, de tri, de transport, de mise en décharge, de traitement, de valorisation, de recyclage et d'élimination des déchets y compris le contrôle de ces opérations ainsi que la surveillance des sites de décharges pendant la période de leur exploitation ou après leur fermeture .

La gestion de déchet ne s'improvise pas, il est important de connaître les différents types de déchets générés, leurs quantités, leur nature, les contraintes réglementaires, les risques sanitaires et leurs interactions. Les déchets peuvent être toxiques soit directement, soit à la suite d'une réaction physicochimique à un moment de leur élimination d'un traitement ou de leur stockage. Cette gestion est définie par quatre objectifs principaux à savoir :

a)-Prévention : elle concerne : [11]

-La réduction de la production de déchet.

-La limitation de leur nocivité.

-L'organisation du transport.

b)-Traitement : toutes opérations physique, thermique, chimique ou biologique conduisant à un changement dans la nature ou la composition des déchets en vue de réduire dans des conditions contrôlées, le potentiel polluant ou le volume et la quantité des déchets, ou d'en extraire la partie recyclable.

c)-Élimination : toutes opérations d'incinération, de traitement, de mise en décharge contrôlée ou tout procédé similaire permettant de stocker ou de se débarrasser des déchets conformément aux conditions assurant la prévention des risques pour la santé de l'homme et de l'environnement.

d)-Valorisation : toutes opérations de recyclage, de réemploi, de récupération, d'utilisation des déchets comme source d'énergie toute autre action visant à obtenir des matières premières ou des produits réutilisables provenant de la récupération des déchets, et ce, afin de réduire ou d'éliminer l'impact négatif de ces déchets sur l'environnement . [10]

e)-Stockage : c'est la destination finale des déchets qui ne sont plus susceptibles d'être valorisés dans des conditions techniques ou économiques du moment, il s'intègre dans la filière de gestion globale des déchets, il intervient en aval des opérations de tri et de recyclage et éventuellement de valorisation énergétique. Les installations de stockages modernes, loin des décharges du passé garantissent une protection efficace de l'environnement. [11]

II.4 Hiérarchie de bonne gestion des déchets [8]

Comme le précise la définition du déchet : quand son propriétaire souhaite (ou se trouve dans l'obligation) de se débarrasser d'un produit, il devient un déchet. Ce déchet, selon la hiérarchie de bonne gestion des déchets, peut être réutilisé par une autre personne après réparation en lui conservant l'usage pour lequel il a été conçu initialement, ou pour un usage « inférieur ».

Ensuite, il peut être recyclé : on récupère les matériaux qui le constituent pour recréer d'autres produits (le compostage est une forme de recyclage de la matière organique). Enfin, ce déchet peut être éliminé en récupérant l'énergie produite (gaz de la fermentation des matières organiques, chaleur de l'incinération). Et, en bout de course, certains déchets sont éliminés en étant confinés en décharge (CET, centre d'enfouissement technique) ou brûlés sans aucune valorisation énergétique. Ces derniers échelons de la hiérarchie sont à décourager et la meilleure façon de le faire est de travailler en amont, par des mesures de prévention.

La prévention quantitative évite l'apparition d'un déchet ; la prévention qualitative évite la toxicité d'un produit/futur déchet et donc ses facultés à être plus ou moins bien réutilisable ou recyclable

II.5.Conclusion

la question des déchets est quotidienne et touche chaque individu tant sur le plan professionnel que familial. En tant que consommateur, jeteur, usager du ramassage des ordures ménagères, et trieur de déchets recyclables, citoyen ou contribuable, chacun peut et doit être acteur d'une meilleure gestion des déchets.

Des gestes simples permettent d'agir concrètement pour améliorer le cadre de vie et préserver le bien-être de chacun ; chaque citoyen peut jeter moins et jeter mieux.

Chapitre II

Procède de stabilisation/solidification

II.1. Introduction

Aujourd'hui, les préoccupations écologiques sont présentes dans la conception des procédés de tous les secteurs de l'activité économique. Les méthodes de gestion, de traitement et de valorisation des déchets sont ainsi au cœur de la problématique environnementale. En découlent des procédés de stabilisation-solidification largement développés au stade industriel, le secteur nucléaire ayant joué le rôle de précurseur. Parmi eux, l'incinération est une filière largement appliquée pour le traitement des ordures ménagères et des déchets industriels. La stabilisation par solidification à l'aide de liants hydrauliques est destinée aux déchets dangereux. La vitrification fait elle aussi partie des procédés de stabilisation solidification apparaissant comme maillon essentiel des filières de gestion des déchets Industriels et urbains.

II.2 Définition de la stabilisation/solidification

II.2.1. Stabilisation

Elle se traduit par une fixation chimique des polluants. Elle désigne l'ensemble des mécanismes permettant de mettre les polluants contenus dans le résidu sous une forme stable, peu soluble et peu mobilisable par l'environnement.

II.2.2. La solidification

Permet de transformer un matériau en un monolithe solide ayant une bonne intégrité physique et structurellement homogène.

La solidification n'implique pas forcément un déroulement d'une réaction chimique entre le déchet et l'agent de solidification ; cela peut être un piégeage mécanique du déchet dans le solide comme illustré sur la figure suivante:

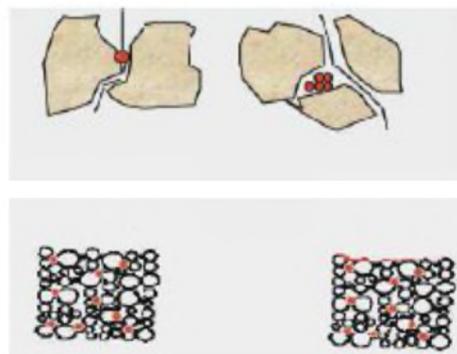


Figure II 1 : Piégeage mécanique de déchet.

II.3. Principe

Les procédés de solidification et stabilisation ont pour but de piéger les polluants afin de réduire leur mobilité. Les polluants sont soit liés physiquement, soit inclus dans une matrice stabilisée, soit liés chimiquement.

II.4. Maturité

Le procédé est actuellement commercialisé par plusieurs sociétés en France. Des centres de traitement fixe ainsi que des unités mobiles sont disponibles sur le marché.

La solidification et la stabilisation on site font parties des techniques les plus utilisées pour les sols pollués par les métaux.

La maturité de la stabilisation et solidification on site ou ex situ est beaucoup plus avancée que celle du procédé in situ.

II.5. Description

Le processus de solidification se réfère à l'amélioration des caractéristiques physiques du produit final. Tandis que la stabilisation se rapporte au ' piégeage ' physique et chimique des éléments toxiques, notamment les métaux lourds, et à la réduction de leur mobilité, et ce grâce à la matrice solide formée par solidification.

L'ensemble du processus de solidification et stabilisation est obtenu grâce à hydratation des constituants du ciment. La pâte résultant du mélange du ciment anhydre (avec éventuels ajouts) et de l'eau de gâchage issue du produit à traiter ou volontairement rajouter, vont faire prise et durcir.

L'objectif global de la solidification et stabilisation est obtenir de meilleures caractéristiques physico mécaniques, un Taux d'immobilisation de la contamination élevée, avec des dosages en ciment (liant le plus utilisé dans la technique de solidification et stabilisation).

II.6. Objectif de la solidification et stabilisation

Les procédés de stabilisation/solidification doivent donc répondre aux objectifs suivants :

- transformer le déchet en un solide plus facile à transporter et à stocker ;
- diminuer la surface d'exposition à l'environnement des contaminants ;
- limiter la solubilité des contaminants en cas de contact avec un fluide lixiviation ils excluent le simple « lavage » destiné à entraîner suffisamment les contaminants pour rendre le déchet « stable », dans le cas de déchets présentant initialement un caractère solide.

Les procédés de stabilisation/solidification doivent répondre aux objectifs de diminuer la surface d'exposition des contaminants à l'environnement. Limiter la solubilité des contaminants en cas de contact avec un fluide. Les traitements de stabilisation/solidification ont donc pour but

d'améliorer la rétention des polluants. Leur Objectif n'est pas de réaliser un simple enrobage du matériau contaminé dans une matrice Inerte, mais un processus physicochimique complexe pour obtenir la stabilisation et la solidification des polluants. [1].

II.7. Les procédés de stabilisation/solidification

Il existe différentes techniques de stabilisation et /ou solidification, faisant appel à différents liants ou réactifs, pouvant impliquer des conditions techniques spécifiques pour leur mise en œuvre. La plus courante est celle qui utilise des liants hydrauliques.

On distingue généralement trois types de procédés :

- A. Les procédés à haute température (1200 à 1500°C) qui reposent sur une fusion du déchet, en présence éventuellement d'additifs, et aboutissant à un matériau vitreux et/ou cristallin selon les conditions opératoires (température de refroidissement, composition chimique...).
- B. Les procédés à basse température (110 à 250°C) qui reposent sur le mélange de déchets avec des liants thermoplastiques afin d'aboutir à un enrobage des déchets dans une matrice imperméable.
- C. Les procédés à froid qui reposent sur le mélange de déchets avec des liants hydrauliques aux minéraux et aboutissent, selon les réactifs utilisés, à une S/S.

En plus de ces trois grandes familles, il existe des procédés mixtes pour certains types de déchets :

- **Lavage/extraction** : suivi ou non d'une étape de stabilisation avec des liants hydrauliques, pour les déchets à fortes teneurs en sels solubles.
- **Procédés thermiques à température intermédiaire (environ 600°C)** : pour permettre la formation de composés stables avec les additifs utilisés (par exemple : phosphates...) ; précédés éventuellement par une étape de lavage/extraction, pour les déchets à fortes teneurs en sels solubles en particulier.

Les fonctions dans ces différentes familles varient selon la nature des polluants, des réactifs utilisés, et des conditions précises de mise en œuvre : des procédés de la même famille peuvent avoir une fonction prédominante vers une solidification ou vers une fixation chimique des polluants. Nous pouvons néanmoins les classer de la façon suivante :

- Procédés haute température : solidification, fixation chimique [2].
- Procédés basse température (thermoplastique, thermodurcissables) : solidification [2].
- Procédés liant hydraulique /liant minéraux : solidification, fixation chimique [2,3].
- Procédés mixtes : fixation chimique/ou solidification.

Le choix du procédé dépend avant tout des caractéristiques initiales du déchet considéré et des conditions techno-économiques d'élimination ou d'utilisation du déchet traité. Différents points doivent faire l'objet d'une attention toute particulière :

- Objectif de traitement qui peuvent impliquer une solidification et/ou une fixation chimique des polluants : réglementations spécifiques liées à l'élimination ou l'utilisation, conditions en œuvre (caractéristique géotechnique...) éco compatibilité avec le milieu environnant (impact physico-chimique et éco toxicologique), différent selon les conditions de dépôt ou d'utilisation.
- Variation de volume ou de masse, engendrée par le procédé.
- Sensibilité et adaptabilité du procédé (réactifs, condition opératoires...) à la variabilité des déchets, plus ou moins importants, mais toujours réelle.
- Complémentarités avec les procédés générateurs du procédé ou avec d'autres installations voisines (par exemple : traitement des eaux, énergie...).
- Production ou non des déchets secondaires (saumures de lavage, rejet gazeux...) et conditions technico-économiques de leur élimination.

II.8. Stabilisation/solidification par des liants hydrauliques

En premier lieu sont décrites l'origine et les propriétés des liants hydrauliques. Les méthodes de fabrication et les propriétés des bétons utilisant ces liants sont exposées ensuite. L'ensemble de ces informations permet alors d'aborder les procédés de stabilisation/solidification par liant hydraulique. Nous présentons le domaine d'applicabilité la technologie et les propriétés de ces procédés.

II.8.1. Liants hydrauliques

Il s'agit de poudres constituées de sels minéraux anhydres instables. En présence d'eau, ils s'hydratent, forment une pâte qui fait prise et qui durcit progressivement. Au sens strict du terme, les liants hydrauliques sont les ciments et la chaux. Les matériaux pouzzolaniques (cendres volantes, scories, ciment au laitier ...) sont souvent utilisés en tant qu'additifs à ces liants. Notre intérêt dans ce travail de projet de fin d'études se focalise sur les ciments.

II.8.1.1. Hydratation du ciment portland

Le mélange du ciment Portland et de l'eau s'apparente à un système dispersé constitué d'un réseau de particules dans une phase aqueuse. Les atomes de ces particules (C_3S , C_2S , C_3A , C_4AF) présentent des liaisons insaturées qui, au contact de l'eau, sont le siège ou l'origine de nombreuses réactions d'adsorption, d'hydrolyse, de dissolution, de solvatation ou de cristallisation [4].

Tableau II 1 : Proportion des principaux produits d'hydratation du ciment portland.

Constituant	Sulfo-aluminates de calcium ettringite et monosulfates	Tobermorite C-S-H	Portlandite Ca(OH) ₂
Proportion dans le ciment hydraté	20-30%	50-70%	5-15%

II.8.1.2. Caractéristiques de la matrice de ciment hydratée

La pâte de ciment, mélange de ciment et d'eau initialement fluide, se structure au cours de l'hydratation pour devenir une pierre artificielle. La multiplication et la croissance des hydrates permettent de constituer un réseau solide poreux et résistant mécaniquement. La phase de structuration physique et chimique peut s'accompagner de la rétention d'éléments exogènes apportés au cours du gâchage.

Par la suite, la pâte de ciment durcie est désignée par l'expression matrice ciment.

a) Caractéristiques physiques de la matrice ciment

L'eau incorporée au ciment se présente dans la matrice sous trois formes après le gâchage :

- ✓ **l'eau libre**, il s'agit de l'eau interstitielle dans la pâte fraîche, elle est très rapidement ionisée aux dépens des constituants minéraux du ciment ;
- ✓ **l'eau adsorbée** physiquement ou chimiquement, elle assure le mouillage des grains de ciment, elle permet l'écoulement dans les capillaires, elle modifie la charge de sites cristallins
- ✓ **l'eau combinée** qui assure la solvatation et la cristallisation des hydrates [6]

L'hydratation des constituants du ciment conduit à la formation de différents hydrates selon de nombreux mécanismes aux cinétiques diverses, comme nous l'avons vu précédemment.

Ces hydrates de structures cristallines multiples et complexes s'enchevêtrent et se soudent dans la matrice ciment. Il résulte de cet assemblage des « vides » de deux types : [7]

- **les micropores**, de diamètres inférieurs à 10 nanomètres, correspondant à la porosité interne des hydrates ;
- **les capillaires**, de 50 à 500 nanomètres de diamètres, qui sont les espaces inter granulaires de la pâte de ciment fraîche, remplis au fur et à mesure de la croissance des hydrates.

Plusieurs modèles sont proposés pour illustrer la résistance mécanique induite par la cohésion des particules, parmi lesquels l'enchevêtrement des cristaux, les ponts cristallins, les forces de van der Waals et les liaisons par pont hydrogène.

Les caractéristiques physiques de la matrice ciment, tant sa résistance mécanique que sa structure poreuse, dépendent essentiellement du taux d'hydratation des constituants du ciment. Ce taux est conditionné par le rapport massique eau/ciment (E/C). La modification de E/C entraîne des variations de nombreux phénomènes parmi lesquels la distance initiale entre les grains de ciment, la probabilité d'établissement de ponts d'hydrates entre les grains, le volume des capillaires, la densité des hydrates formés, la résistance à la compression en fin de prise. On donne couramment $0,35 < E/C < 0,80$. Au dessous de 0,35, l'hydratation est incomplète et la matrice contient du ciment anhydre ; au dessus de 0,80, l'eau en excès reste dans les capillaires.

b) Mécanismes de rétention des métaux lourds : Les études recensées concernent majoritairement la rétention des métaux au sein de la matrice ciment. Les mécanismes décrits se regroupent dans quatre catégories.

- **Le piégeage mécanique :** des composés métalliques peuvent servir de centres de nucléation et rester piégés au cœur des cristaux formés, se dissoudre à l'interface grain de ciment/hydrates en formation ou rester enfermés sous forme solide ou dissoute dans des pores non débouchant. [8]

- **La précipitation :** le milieu fortement alcalin et riche en cations Ca^{2+} de la matrice ciment autorise la précipitation d'hydroxydes métalliques ou de sels de calcium. [9]

- **L'adsorption :** nous avons évoqué plus haut la cohésion entre les hydrates, les forces et les liaisons mises en cause sont également responsables de l'adsorption de composés exogènes à la surface de ces hydrates, et surtout à celle du C-S-H selon la littérature. Ce composé présente effectivement une grande surface spécifique et, en milieu basique, des charges négatives superficielles non compensées. [10]

- **L'intégration dans les hydrates :** lors du gâchage, les métaux en solution peuvent être incorporés en tant qu'impuretés dans le réseau cristallin des hydrates de la matrice ciment.

L'incorporation s'effectue selon deux modes : l'addition correspond à une intégration de particules entre les couches structurelles des hydrates en formation massive, et la substitution représente la réaction d'échange entre un atome de la structure cristalline de l'hydrate et un atome exogène. Tous les hydrates peuvent intégrer des particules par substitution, de l'aluminium ou du calcium dans tous les cas, des sulfates pour les mono sulfates, du fer et du silicium pour le CS-H.

Par contre, seule la structure en feuillets du C-S-H autorise l'addition d'éléments exogènes, dans les espaces inter feuillets.

II.9. avantage de la stabilisation et solidification au liant hydraulique –ciment. [11]

- La solidification et stabilisation au ciment protège la santé de la population et l'environnement, en fixant des contaminants dangereux dans la matière traitée.
- L'efficacité du ciment comme moyen de stabilisation ou de solidification est démontrée par plus de 50 ans d'utilisation dans des projets de toutes sortes.
- Le ciment c'est produit générique, qu'on peut facilement se procurer n'importe où au payes, en petite ou en grande quantité
- La matière contaminée traitée au moyen de techniques S/S peut réutilisée sur place, ce qui permet d'éviter d'avoir à se procurer du remblai pour la remplacer et à payer son transport, ainsi que de
Réduire la demande à laquelle doivent satisfaire les sites d'enfouissement dont la capacité est limitée.
- L'utilisation du ciment peut réduire l'augmentation de volume comparativement à celle qui découle de l'emploi d'autres réactifs.

II .10. Conclusion

La stabilisation/solidification d'un déchet à l'aide d'un liant hydraulique consiste à fabriquer un matériau dans lequel des déchets se substituent aux produits d'hydratation. Ce matériau est résistant, poreux, la matrice liante est caractérisée par une forte concentration en éléments alcalins et un pH élevé.

Chapitre III

Protocoles expérimentaux

III.1. Echantillonnage

L'échantillonnage est une technique dans laquelle une portion de substance, de matériau est prélevée pour donner un échantillon représentatif de l'ensemble du matériau pour les besoins de l'analyse. L'échantillonnage ayant en général un but bien précis, la stratégie de prélèvement doit toujours être adaptée aux objectifs de l'étude. Notre étude a été réalisée sur un déchet d'une usine de la production de couche bébé de 'Sétif' d'une masse de $\cong 10.6$ kg et de diamètre compris entre 0-12.5mm.

III.2. Préparation de poudre a analysé

Pour commencer la manipulation déjà on pèse le déchet brute qui est de masse $m=10.506$ kg .on passe cette quantité par une série de tamis 'AFNORE' d'ouvertures de mailles décroissantes pour avoir les déférente taille de grain contenant dans l'échantillon.

Avant de procéder à une analyse quelconque d'un échantillon solide, nous lui faisons subir un traitement mécanique qui est la phase la plus délicate pour préparer un échantillon

représentatif. Pour atteindre cet objectif, les opérations suivantes sont nécessaires :

III.2.1. Concassage

Cette opération sert à réduire les dimensions de la matière première à une granularité de l'ordre de quelques millimètres. Pour cela, nous avons utilisés un concasseur à mâchoires. Dans notre cas le concassage concerne le déchet à un calibre de 2mm.

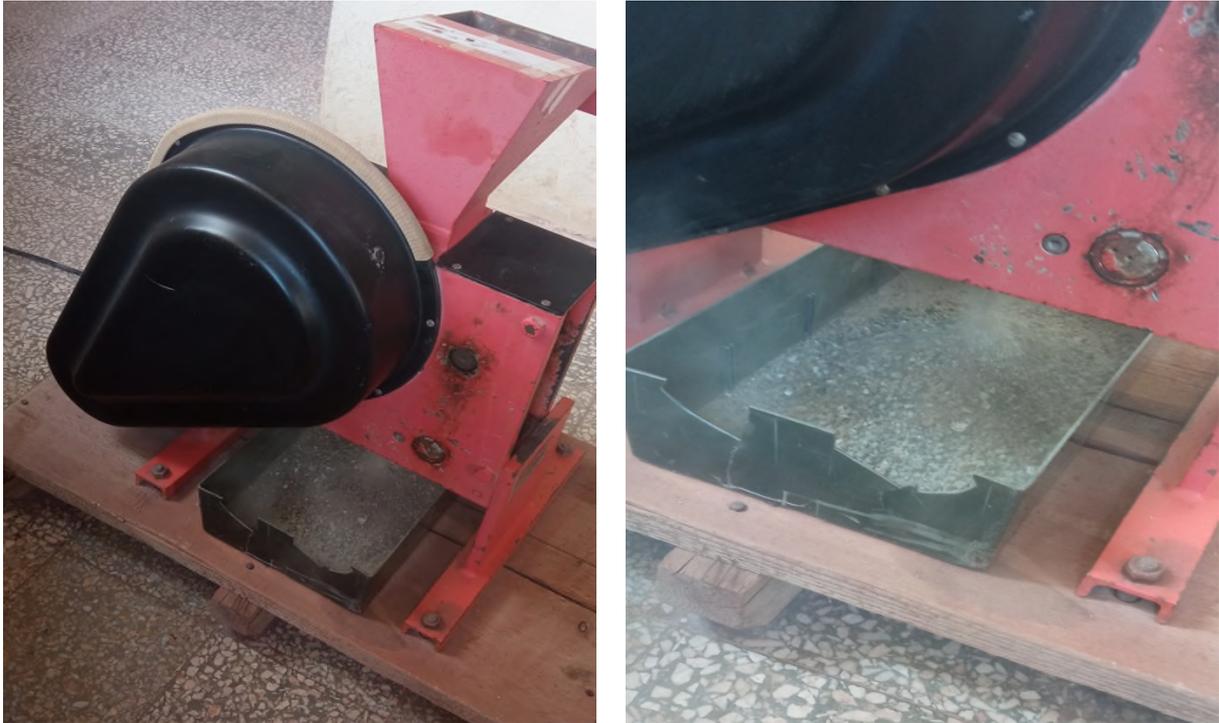


Figure III.1 : Concasseur à mâchoire

III.2.2. Quartage et homogénéisation

a. Homogénéisation

C'est un procédé mécanique qui consiste à mélanger l'échantillon de manière à le rendre homogène

b. Quartage

Le quartage est une opération indispensable pour une meilleure représentativité de l'échantillon. Avant cette opération, il est nécessaire de procéder à une homogénéisation de l'échantillon, par transformation en quatre quarts égaux, dont on prélève deux quarts opposés, les deux autres quarts seront ainsi gardés comme témoins. Ce procédé obéit à la loi de RECHARDSE qui est exprimée par la relation suivante :

$$Q_i \geq Kd^2$$

$$m \leq Q_i / Kd^2$$

$$m = 2n = \ln m / \ln 2$$

Avec :

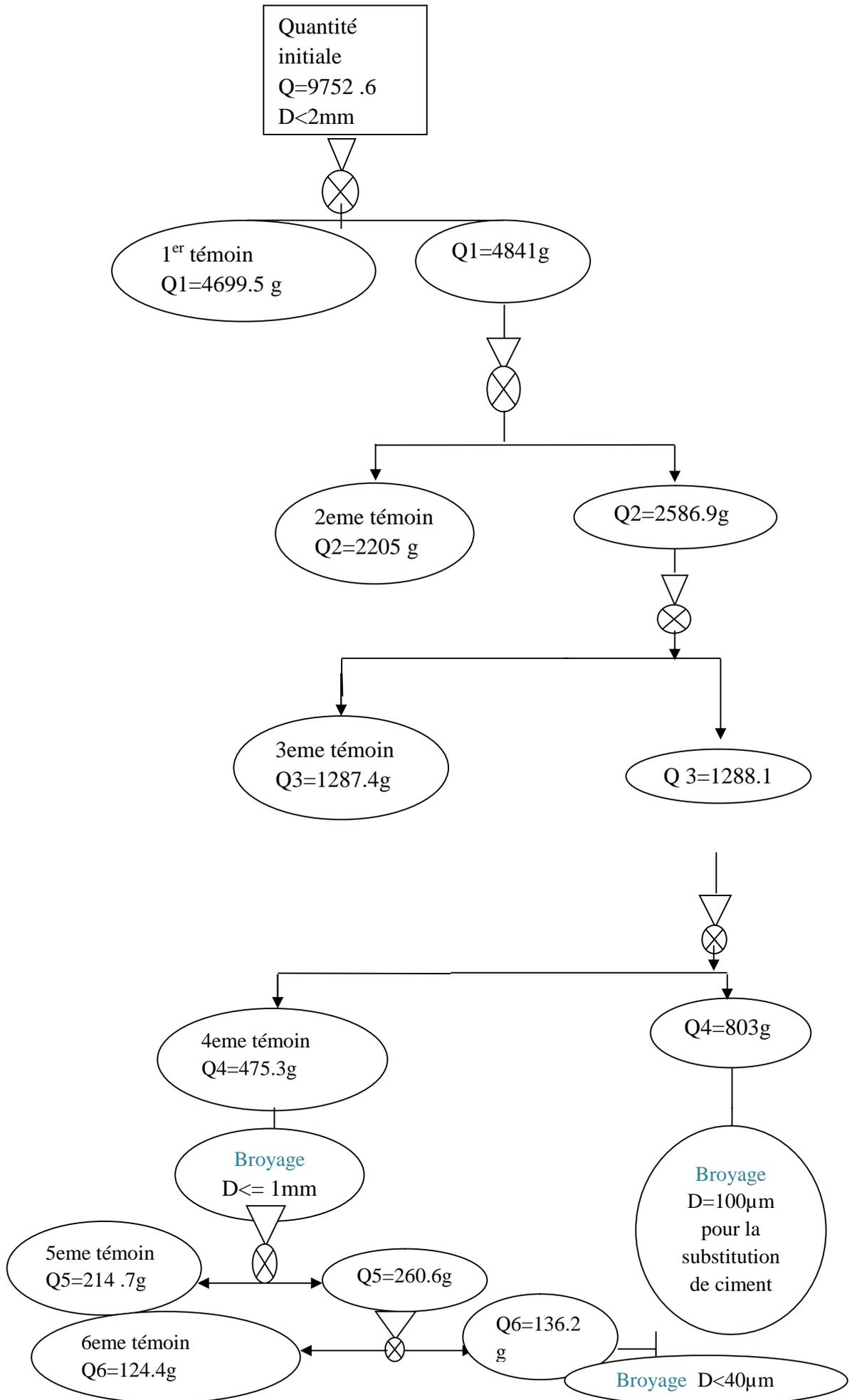
Q : masse à quarter. m : masse. d : diamètre $d < 2$ mm. K : coefficient de répartition de l'échantillon $k=0.1$. n : nombre de quartage.



Figure III.2 : représentation du premier et deuxième quartage

➤ **Quartage de déchet**

Le Schéma du quartage de déchet à étudier :



III.2.3. Broyage

C'est une méthode qui consiste à réduire les tailles des grains de la matière première à une granulométrie assez fine pour atteindre les dimensions de l'ordre de micromètres afin de favoriser la mise en solution lors de l'analyse chimique. Cette opération est réalisée grâce à l'aide d'un mortier et broyeur



Figure III.3 : broyeur à anneaux



Figure III.4 : mortier

III.2.4 Granulométrie par tamisage

Le tamisage permet de séparer les matériaux en fractions granulaires définies par la cote de la maille carrée du tamis. En pratique, la détermination de la distribution granulométrique se fait par classement dimensionnel à travers une série de tamis (AFNOR) NF EN 933-1 d'ouvertures de mailles décroissantes suivant une série géométrique de base $\sqrt[10]{10}$. Notre tamisage est réalisé à l'aide d'une tamiseuse (RETSCH) qui est représenté dans la figure



Figure III.5 : Une tamiseuse

III.2.5 Granulométrie par laser

La granulométrie à diffraction laser permet la mesure de la taille des particules ou plus exactement de leur rayon. La granulométrie laser permet la mesure de taille comprises entre 0.05 et 900 μm , ce qui est bien précis qu'avec la technique par tamis. Elle convient donc particulièrement à tout type de poudre.

- **Principe**

Les particules passent à travers un rayon laser fixe. Chaque particule diffracte la lumière selon un angle qui est en fonction de sa taille. La lumière diffractée est recueillie par un détecteur multi-éléments. L'image de diffraction obtenue est transformée en utilisant un modèle optique et une procédure mathématique appropriée. Le résultat illustré sous forme de courbe semi-logarithmique, est une distribution de particules en volume.

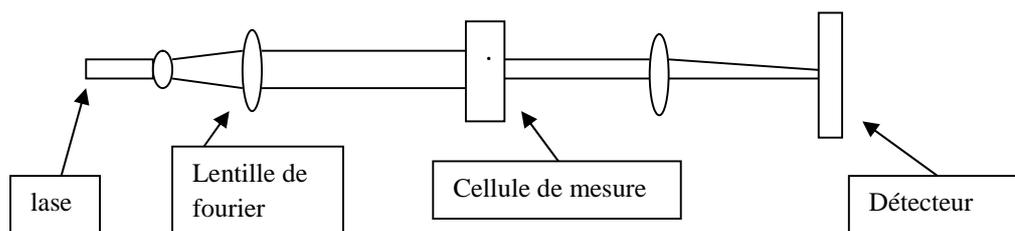


Figure III.6 : schéma simplifié de l'unité optique d'une granulométrie laser

III.2.6. Calcul des différents coefficients

- **Coefficient de HAZEN**

Permettre de savoir si la granulométrie est étalée ou serrée(uniforme). Ce coefficient est défini par la relation suivant :

$$Cu = D_{60} / D_{10}$$

Cu : le coefficient de HAZEN d'après CAQUOT et KERISEL

Cu < 2 : la granulométrie est serrée (uniforme)

Cu > 2 : la granulométrie est étalée

- **Coefficient de courbure**

Le coefficient de courbure vient en complément de coefficient de HAZEN dans la classification des sols. Afin de déterminer si la granulométrie est bien graduée (un sol est mal graduée si une fraction des grains prédomine). Le coefficient de courbure est donné par l'équation suivante :

$$C_c = (D_{30})^2 / D_{10} \cdot D_{60}$$

C_c : coefficient de courbure

1 < C_c < 3 : la granulométrie est bien graduée (continuité bien répartie)

C_c < 1 et C_c > 3 : la granulométrie est mal graduée (continuité mal répartie)

- ❖ **Ecart type**

$$\sigma = \sqrt{D_{84} / D_{16}}$$

Le classement est mauvais lors que σ s'éloigne de 1

Le classement est optimale lors que $\sigma = 1$

- ❖ **Module de finesse (mf)**

Le module de finesse est une valeur exprimée en pourcentage, qui rend compte de la granularité d'un granulat, en réalité surtout utilisée pour les sables. Son calcul est effectué à la suite du passage du granulat à travers une série normalisée de tamis.

$$M_f = \Sigma \% \text{ de refus cumulée} / 100$$

1.8 < M_f < 2.2 : le sable est à majorité de grains fins

2.2 < M_f < 2.8 : on est en présence d'un sable préférentiel

2.0 < M_f < 3.3 : le sable est un peu grossier

III.3. Composition minéralogique

III.3.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse minéralogique des matériaux cristallisés. Elle s'applique sur des poudres ou des échantillons massifs, elle sert à la détermination de la nature des phases minérales et à leurs quantifications. Actuellement la diffraction des rayons x intervient dans la quasi-totalité des thématiques et constitue un complément indispensable aux observations optiques, microscopiques ou spectroscopiques. La condition de la réflexion est donnée par l'équation de Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2d \sin \theta$$

où :

n : ordre de la diffraction (entier) .

λ La longueur d'onde des rayons x .

Θ : L'angle entre le faisceau incident et les plans diffractant, il dépend que du réseau du cristal .

d : La distance inter réticulaire entre deux plans diffractant d'un cristal

III.3.1.1. Principe

La méthode générale consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique ($0,1 \text{ \AA} < \lambda < 10 \text{ \AA}$) de longueur d'onde $1,54051 \text{ \AA}$, produit par une anticathode de cuivre, à mesurer l'angle par rapport au rayonnement incident des rayons X diffractés et l'intensité des rayonnements X diffractés au moyen d'un compteur à scintillation. Celui-ci tourne autour du même axe que l'échantillon mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence Θ , l'angle mesure par le déplacement du compteur sera donc de 2Θ .

Le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les fiches d'une base de données faisant correspondre les distances inter réticulaires d aux angles 2Θ enregistrés. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé.[1,2]



Figure III.7 : la machine DRX

III.3.2. Analyse par Infra Rouge

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse exploitée surtout dans l'identification des groupements fonctionnels présents dans une molécule organique. Un spectre IR se devise approximativement en deux parties :

- Région comprise entre 4000 cm^{-1} et 1800 cm^{-1} facile à interpréter, cette région représente le domaine des vibrations de valences caractéristiques des fonctions principales.
- Région située entre 1500 cm^{-1} et 600 cm^{-1} complexes appelés zone des empreintes digitales, utilisée le plus souvent pour des comparaisons des spectres des produits avec des témoins. L'intérêt principal d'une étude d'une molécule organique par IR est :
 - L'analyse qualitative : Les spectres infrarouges peuvent identifier des substances pures, ou détecter et identifier des impuretés, le spectre d'absorption IR d'un composé pur consiste en une sorte d'empreinte digitale de ce corps ainsi pour identifier une substance pure, il suffit d'établir son spectre IR et de le comparer à ceux des divers composés possibles.
 - L'analyse quantitative : Pour calculer la concentration de la substance à analyser ou à étudier, nous utilisons la loi de BEER LAMBERT.

$$\text{Log } I_0/I = \xi.C.L$$

Avec: I_0/I : L'absorbance.

L : L'épaisseur de la cellule à échantillon (cm).

ξ : Coefficient d'extinction (mole⁻¹.L. cm⁻¹).

III.3.2.1. Préparation des échantillons

Nous préparons une poudre (concentration entre 3 à 5% de déchet) en broyant finement le produit solide avec le Bromure de Potassium KBr, préalablement étuvé à $102 \pm 03^\circ\text{C}$.

La poudre est ensuite placée dans un moule qui est inséré dans une presse avec laquelle le produit est comprimé en forme de pastille, sous une pression de 10 tonnes pendant 03 mn.

III.3.2.2. Le principe fonctionnel

Une source de lumière IR émet un rayonnement qui est affaibli en fonction des fréquences qui traverse l'échantillon. Le rayonnement résultant est enregistré et transformé électroniquement en un spectre.

Le détecteur a la charge de saisir le rayonnement sortant et de transformer les signaux optiques en signaux électriques. Le plus utilisé est le détecteur dit DTGS (sulfate de tri glycine deutérium).[1,2]

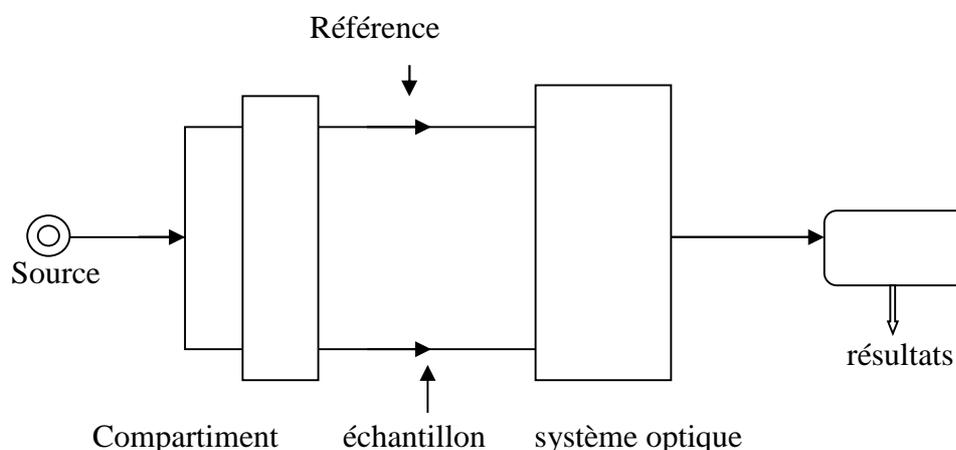


Figure III.8 : schéma représentatif de principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre IR

III.3.3. Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA)

Cette méthode d'analyse, est dite élémentaire, permet de doser les éléments chimiques à l'état de traces (en très faible quantité, quelques ppm) contenus dans une solution ainsi de mesurer les concentrations d'autres éléments présents. Cette méthode est basée sur la théorie de quantification d'énergie des atomes. L'intensité de rayonnement absorbé selon une longueur d'onde correspondante à l'élément à doser permet de déterminer les concentrations dans l'échantillon par application de la loi de Beer Lambert dont :

$$A = e l C = \log P/P_0$$

Avec :

A : Absorbance.

e : Constante caractéristique, dépend de l'atome absorbant en (l /mole cm) .

l : La longueur de la flamme.

C : concentration de solution en élément absorbant.

p : La puissance incidente.

p₀: La puissance absorbée

Les analyses par la SAA ont été réalisées à l'aide d'un appareil de type AA-6501F (Atomique absorption flamme émission spectrophotomètre), qui dispose des hautes températures (2000 à 3000°C) avec une source de gaz (air+C₂H₂) utilisée.

III.3.3.1. Principe

La source lumineuse adéquate émet une raie spectrale étroite de spectre de l'élément chimique à doser de cette radiation est modulée par un modulateur avant de traverser la vapeur atomique provenant de l'atomisation de métal à analyser. Cette radiation est absorbée par les atomes de l'élément à étudier. Il est ensuite isolé par le monochromateur et envoyé sur un détecteur photoélectrique. Le signal émis par le détecteur est transmis à un amplificateur raccordé sur la fréquence de modulation

III.3.3.2. Mode opératoire

Avant de commencer le dosage par la flamme, il faut réaliser les conditions instrumentales tel que :

- Nous mettons en marche le micro-ordinateur et nous introduisons les données (la méthode de dosage au four, élément à doser, sa longueur d'onde, nombre de concentration des étalons et l'unité de concentration) .
- Nous ouvrons les bouteilles de gaz carburants et combustibles (air acétylène).
- Nous alimentons la flamme.
- Nous sélectionnons la lampe qui correspond à l'élément à doser.
- Établissement de la courbe d'étalonnage, l'appareil est prêt pour doser les éléments.

- Nous attendons quelques minutes pour chauffer la lampe après, nous analysons un échantillon à blanc (eau distillée).
- Pour l'expérience à réaliser nous commençons par l'injection de l'eau distillée en suite les échantillons à analyser.[1,2]

III.3.4.Spectrophotométrie UV-Visible

La spectroscopie d'absorption dans l'UV et le visible est une méthode très commune dans les laboratoires. Elle est basée sur la propriété des molécules d'absorber des radiations lumineuses de longueur d'onde déterminée.

III.3.4.1.Principe

Dans une molécule, les transitions électroniques UV-visibles mettent en jeu les énergies les plus importantes de la chimie. L'ordre de grandeur des énergies mises en jeu est celui des énergies de liaison des molécules et ces rayonnements peuvent parfois provoquer des ruptures de liaisons. Plus généralement, ils provoquent des transitions électroniques entre les différents niveaux d'énergie des molécules.

III.4.Procédure de lixiviation des caractéristiques de toxicité (TCLP)

III.4.1.Principe

Le principe des tests de lixiviation est de déterminer les phénomènes de fixation des contaminants et de comprendre les mécanismes de relargage. Le principal agent susceptible de véhiculer les éléments toxiques vers l'environnement est l'eau. Sont des tests caractéristiques du comportement à lixiviation de déchet. Ces tests sont effectués un déchet sous forme d'une boue. Le test TCLP vise à caractériser le comportement du déchet en cours du temps, nous mettons en contact le déchet avec solution de lixiviation de volume fixe.

III.4.2. Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide

Nos échantillons (déchet et matériaux stabilisés) contenant seulement une phase solide à 100 %, visuellement doivent être lixiviés après broyage à 9,5 mm. La détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide (pré-test) dans le but d'évaluer la mobilité des espèces inorganiques seulement est effectuée comme suite : 5 g d'échantillon (déchet broyé à moins de 5 mm), non séchés sont pesés et mis dans un bécher contenant 96,5 ml d'eau et qu'on couvre avec un verre de montre. On agite vigoureusement avec un barreau aimanté pendant 5 minutes. 3,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique 1 N (cf.4) sont ajoutés ensuite et mélangés légèrement. Le mélange est chauffé avec agitation à $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 minutes. Après 1 heure de refroidissement et homogénéisation de la solution obtenue, on mesure pH tout en agitant légèrement.

Note : Le pH de l'échantillon peut varier en fonction du temps. Il est donc important de respecter le temps recommandé entre le moment où le bécher est retiré de la plaque et la mesure du pH.

- Si le pH est inférieur à 5,0, on utilise la solution de lixiviation numéro 1
- Si le pH est supérieur ou égal à 5,0, on utilise la solution de lixiviation numéro 2

- ❖ Solution de lixiviation numéro 1 pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311)

Dans un ballon de 1 litre contenant environ 500 ml d'eau, verser 5,7 ml d'acide acétique. Peser précisément environ 2,572 g d'hydroxyde de sodium et le dissoudre dans le ballon. Compléter au trait de jauge avec de l'eau. Le pH de cette solution devrait être $4,93 \pm 0,05$.

Un volume plus grand de la solution de lixiviation peut être préparé en pesant précisément environ 25,72 g d'hydroxyde de sodium et en le dissolvant dans environ 1 litre d'eau, puis en ajoutant 57 ml d'acide acétique et compléter à 10 litres. Le pH de cette solution devrait être $4,93 \pm 0,05$.

- ❖ Solution de lixiviation numéro 2 pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311) Dans un ballon de 1 litre contenant environ 500 ml d'eau, verser 5,7 ml d'acide acétique et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Le pH de cette solution devrait être $2,88 \pm 0,05$. [1]

.Réactifs et étalons :

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire. L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée. À moins d'indication contraire, les solutions préparées peuvent être conservées indéfiniment à la température ambiante. Elles doivent cependant être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation de précipité.

1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
2. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
3. Acide acétique glacial, HCH₃CO₂ (CAS n° 64-19-7)

III.4.3. Préparation de l'échantillon pour la lixiviation

III.4.3.1. Mode opératoire

Les échantillons solides sont lixiviés avec la solution de lixiviation appropriée dans un rapport solide-liquide égale 20 (Solution N°1).

- Dans une fiole de 1000 ml ; on pèse 20 g d'échantillon solide préalablement broyé, si nécessaire, à 9,5 mm

- on la met dans la fiole on à ajoute 400 ml de la solution de lixiviation appropriée (solution N°1).

- on bouche la bouteille et mètre à agiter pendant 18 heures \pm 2 heures avec une vitesse de rotation de 30 ± 2 tours/minute.

- ✓ Après, la lixiviation, laisser décanter le solide pour faciliter la filtration.
- ✓ Filtrer sur un filtre ayant une porosité de 0,45 μm .
- ✓ Mesurer le pH après la lixiviation.
 - On acidifiée la moitié avec l'acide nitrique concentré à $\text{PH} < 2$ pour l'analyse des cations
 - Et en laisse l'autre pour l'analyse des anions.
- ❖ Si les analyses ne sont pas faites durant la journée, préserver l'échantillon selon les paramètres demandés (acide nitrique pour les métaux) [1]

III .5 .Dosage des chlorures : La méthode de Mohr

➤ Principe

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent.

➤ Mode opératoire

L'essai consiste à introduire 100 ml de la solution à analyser dans une fiole jaugée de 250 ml puis ajouter 1 ml d'indicateur coloré ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ à 10%). L'ensemble du mélange est ensuite titré par la solution nitrate d'argent (AgNO_3 de 0.1N) jusqu'à apparition d'une teinte rougeâtre, qui doit persister 1 à 3 minutes.

La concentration de chlorures est ensuite calculée par la formule suivante :

➤ Expression des résultats

$$[\text{Cl}^-] = V(\text{AgNO}_3) \times 3.55 \times 10$$

OU:

[Cl-]: concentration de chlore en (mg/l).

$V(\text{AgNO}_3)$: Volume de nitrate d'argent (AgNO_3) en ml.

➤ Les matériaux

Afin d'étudier les phénomènes physico-chimiques contrôlant le relargage des constituants, Nous avons utilise les matériaux suivants :

- Un Ciment Portland
- Un déchet industriel récupéré d'une usine de la fabrication de l'Ecouche bébés de Sétif
- Un sable normalisé
- L'eau distillée

Nous commençons par le test TCLP sur le déchet pour savoir si le déchet est dangereux ou non en se basant sur la concentration moyenne élémentaire des métaux lourds .

III .6. Test de l'influence du pH sur la solubilisation des polluants (IpH)

Ce test a pour but la détermination de la solubilisation des espèces chimiques en fonction du pH, ainsi que la capacité du matériau à neutraliser les solutions acides en fonction du pH, ainsi que la capacité du matériau à neutraliser les solutions acides ou basiques auxquelles il est soumis.

a. Principe du test

le matériau est fragmenté et mis en contact pendant un certain laps de temps avec des solutions acides ou basiques pour un rapport L/S fixé. Les paramètres expérimentaux sont choisis afin d'atteindre un état stationnaire dans les transferts de masse en fin de période de lixiviation pour des valeurs de pH stabilisées. Les valeurs de pH en fin de test estimées par un titrage préliminaire et doivent être comprises entre pH=4 et 12 ou 13 selon la quantité d'acide ou de base introduite au départ.

Les résultats obtenus sont :

- les concentrations des espèces exprimées en fonction du pH de l'éluât ou de la quantité d'acide (ou de base) ajoutée.
- la capacité de neutralisation acido-basique du matériau.

Une autre méthode de détermination du comportement acido-basique du matériau est le test « pH statique » qui, par un système automatique, maintient la valeur du pH de la solution constante pendant toute la durée du test par injection d'acide ou de base. Le rapport L/S doit alors être évalué avec précision en fin d'expérimentation.

b. Titrage préliminaire

Le but de cette étape préliminaire est d'estimer les quantités d'acide (ou de base) à introduire dans les solutions du pH pour couvrir en fin de test l'échelle de pH souhaitée. Un titrage acido-basique s'effectue sur une masse connue (10 g de matière sèche) de matériau broyé à 1 ml/g

de matériau sec. La totalité du test se fait sous agitation continue dans un récipient fermé. Après une période de 48 heures, le pH de la solution de lixiviation est mesuré (c'est le «pH naturel » du matériau à L/S =10). On procède alors à l'ajout d'un volume déterminé d'acide dans la solution de lixiviation. La valeur stabilisée du pH est notée et on effectue une nouvelle injection d'acide pour obtenir une nouvelle valeur de pH. La succession des étapes est arrêtée quand on approche la valeur de pH souhaitée. On obtient aussi des valeurs de pH en fonction de la quantité d'acide ou de base ajoutée.

c. Protocole expérimental

Le test consiste en une mise en contact en parallèle de divers échantillons d'un matériau avec des solutions acides ou basiques de concentrations différentes. Le matériau utilisé est broyé à 1mm mais non séché. Cependant, on prend en compte son humidité pour obtenir précisément un L/S =10 ml/g. Une des solutions de lixiviation est d'eau déminéralisée qui permettra d'obtenir le pH naturel du matériau. Les solutions acides sont préparées avec de l'acide nitrique (HNO₃) 1M et les solutions basiques avec de la soude (NaOH) 1M. Les flacons de lixiviation sont soumis à une agitation mécanique continue de 10 retournements/mn toute la durée du test. Après 7 jours d'agitation, les éluats obtenus sont filtrés à 0.45µm et on mesure leur pH et conductivité. Ils sont ensuite divisés en 2 parties : l'une est acidifiée à pH2 avec du HNO₃ à 65% pour être soumise à l'analyse des métaux, l'autre sera utilisée pour l'analyse des anions [1,2]

III.7 Test l'eau de pore (EP)

On distingue plusieurs méthodes de caractérisation de l'eau des pores. L'une consiste en l'extraction de cette eau des pores du matériau et de l'analyser. La méthode présentée dans cette étude de reproduit des ratios L/S décroissants nous permettons d'extrapoler les résultats de solubilisation d'une quantité des espèces contenues dans le matériau dans un volume de liquide correspondant à la porosité du bloc monolithique.

III.7.1 Principe du test

Le test consiste en une mise en contact de matériau finement broyé et de volumes décroissants d'eau déminéralisée. L'analyse physico-chimique des éluats nous permet de déterminer les tendances d'évolution des paramètres du matériau étudié pour des rapports Liquide/Solide décroissants. Si le nombre de points expérimentaux est suffisant pour déterminer une telle tendance, une extrapolation de la composition de l'eau des pores est alors possible.

III.7.2 Protocole expérimental

Comme pour l'IpH, le matériau est broyé à 1 mm mais non séché. La méthode de caractérisation de l'eau des pores consiste en une mise en contact du matériau avec de l'eau déminéralisée pour différents rapports L/S. Des échantillons solides allant jusqu'à 200 g sont mis en contact avec des quantités différentes d'eau déminéralisée. Les rapports Liquide/Solide sont déterminés en tenant compte de l'humidité du matériau. Les flacons sont soumis à une agitation mécanique par retournements pendant 7 jours à température ambiante. Les éluats obtenus sont filtrés à 0.45µm et on mesure leur pH, conductivité et potentiel redox si le volume recueilli le permet. Ils sont ensuite divisés en 2 parties : l'une est acidifiée à pH 2 avec HNO₃ à 65% pour être soumise à l'analyse des métaux, l'autre sera utilisée pour l'analyse des anions.[1,2]

III.8. Test de fraction maximale mobilisable (FMM)

La fraction maximale mobilisable est considérée comme la donnée absolue de caractérisation des matériaux stabilisés.

III.8.1 Principe du test

Le test consiste en une mise en contact du matériau broyé avec de l'eau déminéralisée dans des rapports L/S croissants. Comme pour le test de l'eau des pores, l'analyse des éluats doit nous permettre de déterminer des tendances de comportement du matériau pour des ratios L/S plus élevés, et donc d'extrapoler les résultats à des rapports L/S infinis. Le rapport L/S infini correspond à une situation dans laquelle l'évolution des paramètres de la solution et le transfert des éléments n'est plus limité par la saturation de la solution de lixiviation ce qui correspond à un renouvellement permanent de la solution. On atteint un maximum extractible.

III.8.2 Protocole expérimental

Le protocole opératoire du test de Fraction Maximale Mobilisable que nous avons utilisé est semblable à celui du test de l'eau des pores. Les échantillons utilisés sont de granulométrie inférieure à 1 mm et le lixiviant est l'eau déminéralisée. Pour différents rapports L/S qui prennent en compte le degré d'humidité du matériau, on soumet les flacons à une agitation mécanique par retournement pendant 7 jours à température ambiante. Les ratios L/S choisis sont 50, 100, et 200 ; là encore on pourra le cas échéant utiliser les résultats du test IpH à l'eau déminéralisée pour avoir le rapport L/S=10. Après filtration à 0.45µm, on mesure les propriétés physico-chimiques des éluats et on acidifie la moitié de la solution à PH <2 pour effectuer l'analyse des métaux, tandis que l'autre sert à analyser les anions.

III.9. Test de lixiviation sur monolithe (TLM)

Les tests de lixiviation effectués sur les blocs monolithiques sont conformes à la procédure d'évaluation approfondie des procédés de stabilisation/solidification à base de liants hydrauliques proposée par l'ADME.

III.9.1 Principe du test

Pour le test TLM, un bloc monolithique de dimensions connues est mis en contact avec une solution de lixiviation de volume fixe. Le lixiviant est renouvelé à des durées de contact choisies de manière à pouvoir déterminer l'intensité et la dynamique de relargage de certains éléments par l'analyse des lixiviats obtenus. A chaque renouvellement de la solution de lixiviation.

III.9.2 Protocole expérimental

Dans une éprouvette de 1000ml, on place nos cubes (4*4*4 cm³) stabilisés qui contiennent 5% de déchets, suspendu à l'aide d'un fil ce qui permet aux lixivants de circuler librement donc le transfert de matière peut ainsi s'effectuer par toutes les phases de bloc. Les monolithes sont immergés dans deux milieux différents le premier est un milieu neutre constitué uniquement d'eau déminéralisé et le second est un milieu sulfaté. On ferme les éprouvettes afin d'éviter toute pénétration d'air qui pourrait provoquer un phénomène de carbonatation, ce qui fausserai nos résultats par la suite. Le rythme de changement des solutions est imposé par les temps de contact matrice/solution de 6 h, 18 h, 1j, 2 j, 5j, 7j, 20j, 28 jours de lixiviation continue.[1]

III-10 Méthodes de caractérisation des matériaux

III.10.1 Caractérisation physiques- Humidité des matériaux

Le taux d'humidité est le poids en eau contenu dans un échantillon rapporté à sa masse sèche, Sa détermination permet de :

- Calculer la masse sèche des échantillons.
- Supprimer l'étape de séchage des échantillons soumis aux tests de lixiviation qui peut induire des transformations physico-chimiques (ex : volatilisation, oxydation, carbonatation, transformation de phase...).

Le principe de la détermination de l'humidité consiste à sécher, en parallèle à l'étuve (103°C) ; plusieurs échantillons d'une masse connue de matériau humide (m_0) jusqu'à stabilisation de la masse (m_s). L'évolution de la masse est suivie par pesée pendant plusieurs jours. On considère que le matériau est sec si la variation de masse des différentes éprouvettes est inférieure à

un seuil (par exemple moins de 0.1 % de la masse) entre 2 pesées successives. L'humidité est déterminé par l'équation suivante:

$$(H) \% = [(m_0 - m_{0s}) / m_0] * 100$$

Avec :

L'humidité est exprimée en pourcentage massique

La mesure de la masse volumique (m_s) des échantillons consiste à déterminer avec précision la masse m_1 du pycnomètre remplie d'eau. La masse m_2 de l'échantillon sec et m_3 la masse de la totalité du pycnomètre contenant l'échantillon rempli d'eau. La masse volumique de l'échantillon est donnée par l'expression suivante :

$$m_s = [m_2 / (m_1 + m_2 - m_3)] * m_w$$

Avec :

m_w : masse volumique de l'eau (1000Kg /m³)

III.11. Les Formulations

III.11.1. Formulation d'une pâte de ciment

Le rapporte eau/ciment (E/C) de ces mélanges est très important, même s'il ne peut pas toujours être optimisé lors de la mise en œuvre du procédé de solidification. Il conditionne la porosité ouverte du matériau (volume poreux, taille et géométrie des pores, distribution poreuse...) ainsi que le taux d'hydratation à 28 jours.

Un rapport E/C minimal d'environ 0,5 est requis afin d'assurer une hydratation complète. Quand le ratio E/C augmente, le pourcentage de pores macroscopiques augmente et la porosité ouverte du matériau est plus importante.

La constitution des mélanges réalisés sont illustrés dans le tableau suivant

Tableau III.1. Formulation d'une pâte de ciment

Eprouvette	Déchet (%)	Quantités				eau /ciment (e/c)
		Déchet (g)	Ciment (g)	Sable (g)	Eau (ml)	
Fm1	0	0	450	1350	225	0.5
Fm2	10	45	405	1350	225	0.5
Fm3	20	90	360	1350	225	0.5
Fm4	30	135	315	1350	225	0.5
Fm5	40	180	270	1350	225	0.5
Fm6	50	225	225	1350	225	0.5

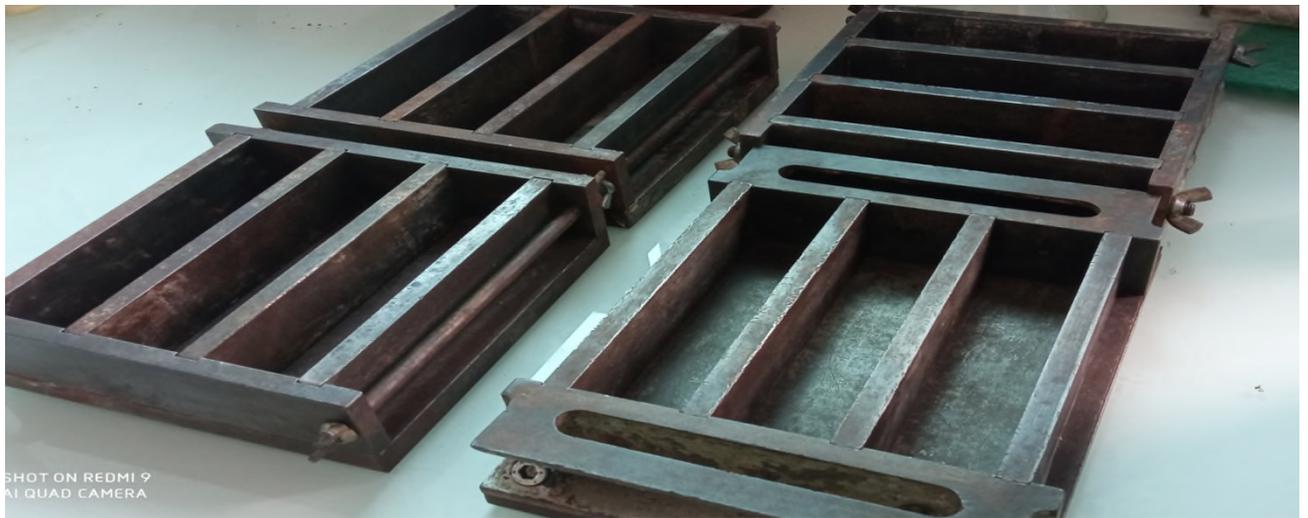


Figure III.9 Moules utilisés dans la préparation des matrices cimentaires

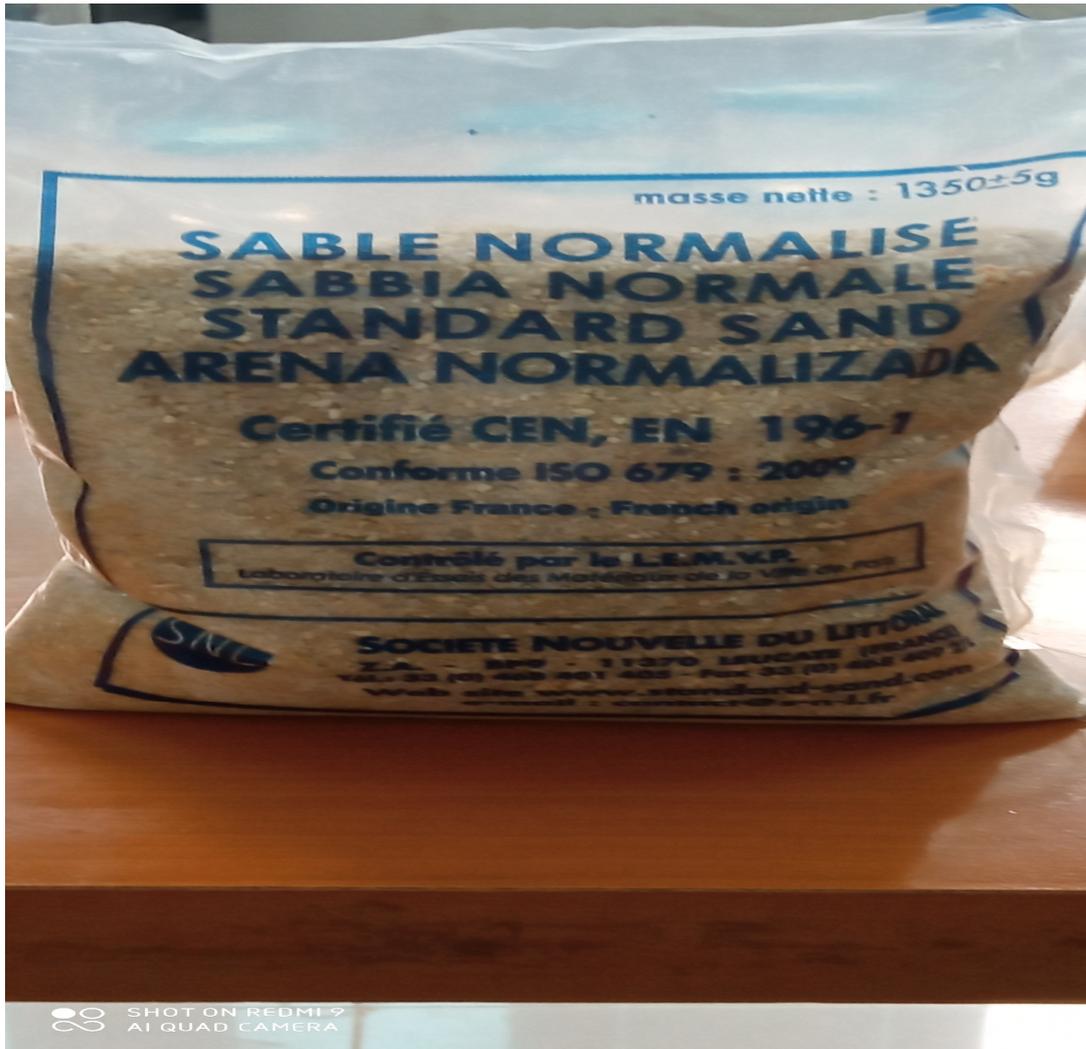


Figure III.10 : sable normalise

III.11.1.1 Mode opératoire

- ❖ Dans un malaxeur, on met le sable et le déchet, puis on mélange pendant 2min, on met à vitesse 1 pendant 30secondes, puis à vitesse 2 pendant 90secondes.
- ❖ On ajoute le ciment à vitesse 1 durant 30secondes, lorsqu'on atteint une durée de 2min on ajoute de l'eau au fur et à mesure et toujours à vitesse 1 jusqu'à 4min, on augmente la vitesse à 2 jusqu'à atteindre 5min, et on arrête le malaxeur .
- ❖ Après le malaxage, la pâte est versée dans son moule de section triangulaires. 4cm × 4cm et longueur 16cm (éprouvettes 4*4*16) ; ce qui permet d'obtenir une capacité constante sans avoir besoin d'utiliser une table à choc. Les moules obtenus ont été stocké à Labri de l'air à température ambiant ($20 \pm 3^{\circ}\text{C}$) pendant 28 jours pour une pâte de ciment.



Figure III.11 : Le malaxeur utilisé dans la préparation des matrices cimentaire

Il y a lieu de noter que lors de la préparation des éprouvettes, le phénomène de carbonatation de surface peut survenir ; le dioxyde de carbone atmosphérique peut rapidement donner naissance à une fine couche de calcite (CaCO_3) de surface qui peut obstruer la porosité superficielle et avoir des conséquences importantes sur la vitesse de lixiviation. Ce qu'il nous amène à adapter un mode de préparation des échantillons qui les protègent au maximum de l'air. Le meilleur moyen d'éviter cette carbonatation de surface serait le moulage des échantillons dans des moules rectangulaires en acier de dimension ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) et l'enrober avec le papier cellophane , et même après le démoulage de ces derniers on les enveloppe à nouveau avec le papier cellophane et on les garde à l'abri de l'air.

III.11.2. Préparation des éprouvettes

Les échantillons sont préparés en vue de la réalisation de teste de lixiviations dynamique sur le matrices cimentaires ($4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$) et de test de caractérisation physico-chimiques du matériau sur granulométrie inférieur à 1mm.

III.11.3. Préparation des matrices monolithiques

Après une période de 28 jours, les échantillons sont préparés en vue de la réalisation de test de lixiviation sur des blocs monolithiques ($4 \times 4 \times 4$) cm^3 et des tests de caractérisation physico-chimique des matériaux sur granulats ($< 100 \mu\text{m}$).

III.11.3.1 Préparation des monolithes

Les cubes monolithiques sont obtenus par tronçonnage. Ce procédé, qui conduit à un échauffement local, est susceptible de peut provoquer une carbonisation partielle causée par des composés organique en surface et peut aussi altérer la matrice minérale.

Dans l'éventualité d'une adsorption du polluant il semble préférable de n'utiliser que le cœur du matériau.



Figure III.12 : préparation des matrices cimentaire $(4*4*16)\text{cm}^3$ et $(4*4)\text{cm}^2$

III.11.4. Temps de début et fin de prise

La méthode de mesure utilisée correspond au test de l'aiguille de Vicat et permet de déterminer les caractéristiques de la prise d'un ciment.

Le principe du test consiste à lâcher une aiguille de poids connu et normalisée suivant un intervalle de temps variable, au-dessus d'un échantillon de ciment, plâtre ou mortier en cours de prise. La hauteur de pénétration est mesurée à chaque lâché. La courbe de prise de l'échantillon qui indique les temps de début et de fin de prise est ainsi dressée. Les trois têtes de mesures permettant de répondre aux différentes utilisations du test de Vicat pèsent 100 g pour les caractéristiques de la prise du plâtre, 300 g pour les caractéristiques de la prise du ciment et 1 kg pour les caractéristiques de la prise du mortier. Les temps de début et de fin de prise sont mesurés à l'aide de l'appareil de Vicat suivant la norme NF EN 196-3, afin d'étudier l'influence de l'ajout du déchet sur le comportement des échantillons stabilisés/solidifiés.

L'appareil est composé d'une tige mobile verticale pesant 300 g et prolongée d'une aiguille de section 1 mm². L'aiguille est enfoncée à intervalles de temps réguliers dans un moule tronconique de 4 cm de haut contenant 80 ml de pâte. On dit qu'il y a début de prise lorsque l'aiguille n'est plus capable de transpercer la totalité de la pâte, mais s'arrête à 4 ± 1 mm du fond du moule. Le temps de fin de prise est le temps au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce que de 0,5 mm dans l'éprouvette. Trois essais simultanés à l'aiguille Vicat ont été réalisés sur chaque pâte de ciment étudiée.

III.11.5. Essais mécaniques

III.8.5.1 Mesure des résistances à la compression et à la flexion

a .Objectif de l'essai

Le but de détermination des résistances mécaniques des matériaux pollués, à base de liant hydraulique, est de simuler la situation dans laquelle ces matériaux seraient traités par les procédés de stabilisation/solidification.

b.Principe de l'essai

L'essai consiste à étudier les résistances à la traction par flexion et à la compression d'éprouvettes de (4*4*16) cm³

C.Essai de rupture par flexion

L'essai de rupture par flexion est effectué sur une éprouvette prismatique de (4*4*16 cm³) en mortier placé sur deux rouleaux distant de 100 mm. En veillant à ce que l'axe longitudinal de l'éprouvette soit dans le plan de flexion de l'appareil. On actionne la machine qui va appliquer une charge progressive et continue et sans chocs à vitesse constante sur l'éprouvette jusqu'au moment de rupture. Ensuite, on récolte les résultats de la charge de rupture F_f et de la contrainte R_f correspondantes qui sont données directement par la machine d'essai. Cette contrainte est appelée résistance à la traction par flexion avec F_f est exprimée en Newton, R_f est exprimée en MPa.

d. Essai de compression

L'essai consiste à placer l'extrémité du demi-prisme, de chaque éprouvette obtenu après rupture par flexion, dans la machine d'essai à la compression entre deux plaques d'acier. Elle est disposée de telle sorte que la section comprimée soit de $(4 \times 4 \text{ cm}^2)$. A l'aide de la machine on presse la demi éprouvette à vitesse constante, en lui appliquant une charge progressive jusqu'à rupture de l'éprouvette. On lit, sur la machine, la charge de rupture F_c et la contrainte de rupture R_c . Cette contrainte est appelée résistance à la compression avec F_c est exprimée en Newton, R_c est exprimée en Mpa.

Chapitre IV

Résultats et discussions

Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons l'ensemble des résultats obtenus lors de la phase expérimentale de notre étude.

En premier lieu, On procède à la préparation mécanique du déchet et à la caractérisation des compositions chimiques minéralurgiques par l'utilisation de différentes techniques d'analyses telles que le DRX, IR, TCLP, SAA. Ensuite, à l'étude du procédé de stabilisation/solidification par liant hydraulique à savoir les tests des résistances mécaniques en flexion et en compression des éprouvettes prismatiques.

IV.1. Analyse granulométrique

L'analyse granulométrie d'un échantillon consiste à déterminer la proportion des diverses classes de grosseur des particules ; autrement dit, c'est une opération qui montre la répartition des différents grains d'un échantillon en fonction de leurs caractéristiques (taille, diamètre, ...).

IV.1.1. La granulométrie du déchet initial

Le tableau ci-après montre la répartition granulaire du déchet brute.

Tableau IV.1 : Analyse granulométrique par tamisage du déchet initial.

Tamis	Diamètre (d) (mm)	Poids des refus (g)	Rendement pondérale (%)	Rendement cumulatif du refus (%)	Rendement cumulatif du passant (%)
1	>12.5	367.4	4.30	4.30	95.70
2	[9-12.5 [457.1	4.50	8.80	91.20
3	[8-9 [194.6	3.20	12	88
4	[4.5-8 [999.2	10.25	22.25	77.75
5	[3.15-4.5 [622.2	7.15	29.40	70.60
6	[2-3.15 [1429.2	15.10	44.50	55.50
Fond de tamis	<=2	5807.9	55.50	100	0
Totale	/	10477.6	100	/	/

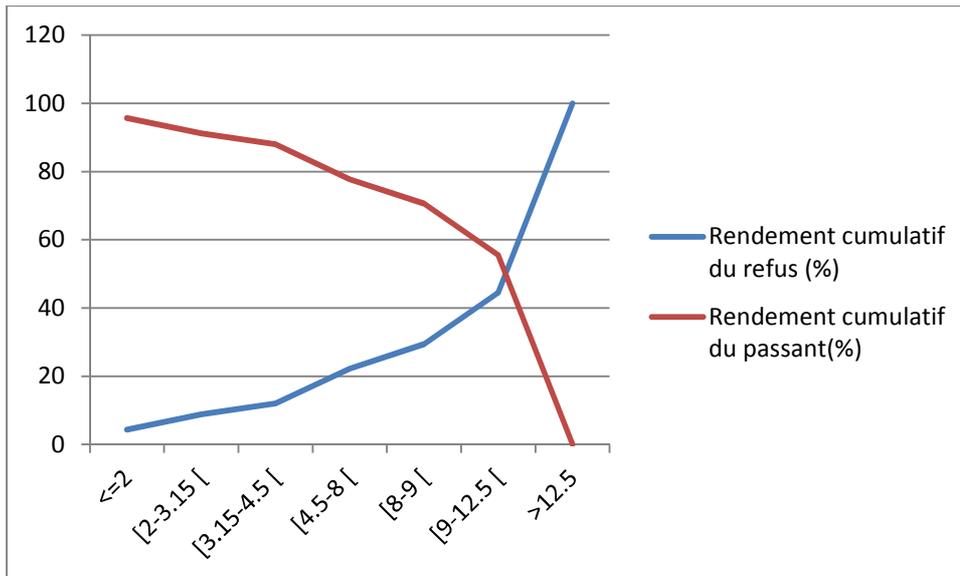


Figure IV.1 : la courbe granulométrique du déchet initial

✚ Calcul des différents coefficients

Tableau IV.2. Résultats des coefficients

Refus cumulé x (%)	10	16	30	60	84
Diamètres Dx (mm)	11	2.3	3.5	2	2
Coefficients					
	Hazen (Cu)	Courbure (Cc)	Module de finesse (Mf)	Ecart type (σ)	
Résultats	0.1	0.5	2.2	0.86	
Observation	la granulométrie est serrée (uniforme)	la granulométrie est mal graduée (continuité mal répartie)	Préférentiel	le classement est optimal.	

IV.1.2. La granulométrie de déchet <2

Le tableau ci-après montre la répartition granulaire du déchet <2.

Tableau IV.3 : La granulométrie du déchet de $d < 2$ mm [3].

Tamis	Diamètre (mm)	Rendement cumulatif du refus (%)	Rendement cumulatif du passant (%)
1	2	0,066	99,934
2	0,1828916	1,007	98,993
3	0,1112773	15,298	84,702
4	0,677048	46,406	53,594
5	0,411938	57,724	42,276
6	0,250637	71,114	28,886
7	0,152496	80,218	19,782
8	0,092783	88,496	11,504
9	0,056452	92,428	7,572
10	0,034347	96,025	3,975
11	0,020898	99,219	0,781
12	0,012715	99,895	0,105
13	0,007736	99,901	0,099
14	0,004707	99,903	0,097
15	0,00863	99,907	0,093
16	0,001742	99,912	0,088
17	0,001060	99,914	0,086
18	0,000645	99,918	0,082
19	0,000392	99,922	0,078
20	0,000238	99,959	0,041
21	0,000145	99,995	0,005
22	0,000088	100	0

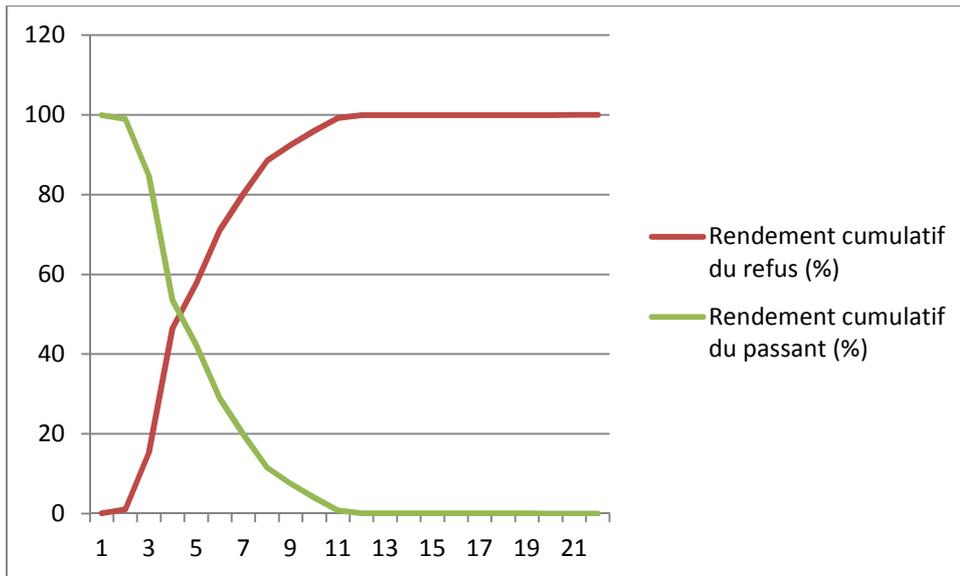


Figure IV .2 : la courbe granulométrique du déchet <2mm

✚ Calcul des différents coefficients

Tableau IV.4. Résultats des coefficients

Refus cumulé x (%)	10	16	30	60	84
Diamètres Dx (mm)	8	9	6	6	9
Coefficients					
	Hazen (Cu)	Courbure (Cc)		Ecart type (σ)	
Résultats	0.75	0.75		1	
Observation	la granulométrie est serrée (uniforme)	la granulométrie est mal graduée (continuité mal répartie)		Le classement est optimal	

IV.1.3. Granulométrie par laser du déchet de diamètre $d < 0.1$

Le tableau IV.5 suivant montre les résultats d'analyse granulométrique donnée par la technique au laser du déchet de dimension $d < 0,1$ mm [3].

Tableau IV.5 : L'analyse granulométrique par laser du déchet de diamètre $d < 0.1$ mm.

Tamis	Diamètre (mm)	Rendement cumulé du refus (%)	Rendement cumulé du passant (%)
1	8.8*10 ⁻⁵	0.421	99.579
2	1.145*10 ⁻³	2.340	97.66
3	2.38*10 ⁻⁴	2.718	97.282
4	3.93*10 ⁻⁴	2.973	97.027
5	6.45*10 ⁻⁴	2.991	97.009
6	1.06*10 ⁻³	2.995	97.005
7	1.742*10 ⁻³	3.010	96.99
8	2.863*10 ⁻³	3.439	96.561
9	4.707*10 ⁻³	4.819	95.181
10	7.736*10 ⁻³	5.663	94.337
11	0.012715	6.980	93.980
12	0.020898	17.337	82.663
13	0.034347	35.685	64.315
14	0.056452	70.177	29.823
15	0.06335	77.131	22.132
16	0.09235	93.122	6.878
17	0.102477	95.095	4.905
18	0.113184	98.857	1.143
19	0.125009	99.898	0.102

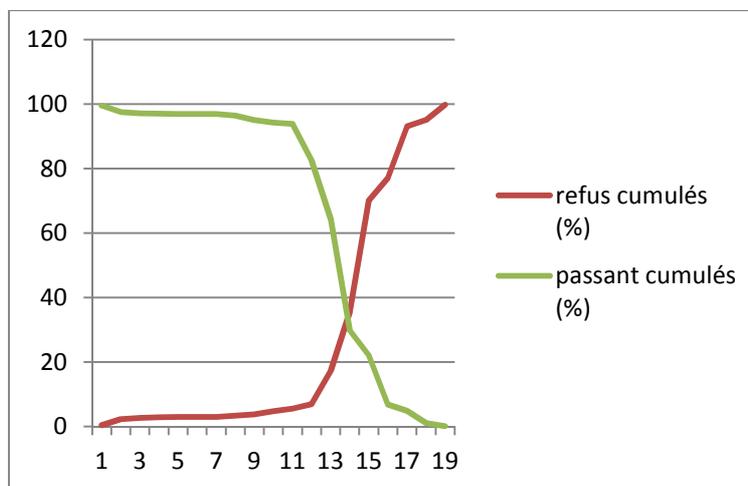


Figure IV.3 : la courbe granulométrique du déchet < 0.1 mm

✚ Calcul des différents coefficients

Tableau IV.6. Résultats des coefficients

Refus cumulé x (%)	10	16	30	60	84
Diamètres Dx (mm)	$12.715 \cdot 10^{-3}$	$12.715 \cdot 10^{-3}$	$34.347 \cdot 10^{-3}$	$34.347 \cdot 10^{-3}$	$34.347 \cdot 10^{-3}$
Coefficients					
	Hazen (Cu)	Courbure (Cc)		Ecart type (σ)	
Résultats	2.7	2.7		1.6	
Observation	la granulométrie est étalée	la granulométrie est bien graduée (continuité bien répartie)		Le classement est mauvais.	

IV.1.2. Caractéristique de sable normalisé

Les résultats sont résumés dans le tableau suivant [3]

Tableau IV.7 : la granulométrie de sable normalisé

Ouverture du tamis (mm)	2.00	1.60	1.00	0.50	0.16	0.08
Refus cumulés (%)	0	12	31	62	88	99
Passant cumules (%)	100	88	69	38	12	1

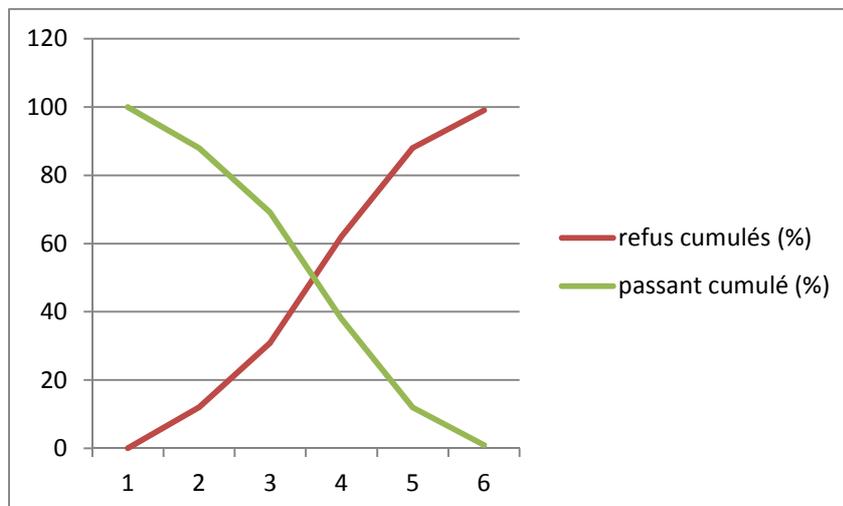


Figure IV.4 : la courbe granulométrique du sable

📊 Calcul des différents coefficients

Tableau IV.8. Résultats des coefficients

Refus cumulé x (%)	10	16	30	60	84
Diamètres Dx (mm)	1.4	1.6	1	0.4	0.16
Coefficients					
	Hazen (Cu)	Courbure (Cc)	Ecart type (σ)	Module de finesse (Mf)	
Résultats	0.2	0.2	0.1	2.92	
Observation	la granulométrie est serrée (uniforme)	la granulométrie est bien graduée (continuité bien répartie)	Le classement est mauvais	sable un peu grossier	

- ✓ Masse volumique : 2645 kg/m³
- ✓ Absorption en eau : 0.18 %
- ✓ Module de finesse : 2.92
- ✓ Teneur en chlorure <48 ppm
- ✓ SiO₂ : 98.55%
- ✓ Al₂O₃ : 0.55%
- ✓ Fe₂O₃ : 0.08%
- ✓ PAF : 950°C = 0.16

IV.3. Caractéristique de ciment CEM I

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant [3]

Tableau IV.9. Les caractéristiques de ciment CEM I

Elément	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Cl
%	52.10	18.25	1.95	1.75	0.56	1.32	0.39	0.26	0.01
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Masse volumique : 3.03g/cm³ ✓ Surface spécifique de Blaine : 3516cm²/g ✓ Perte au feu : 1.14 ✓ Chaux libre : 0.31 ✓ Résidus insolubles : 0.64 ✓ Temps de début et fin de prise n'ont pas été estimés 									

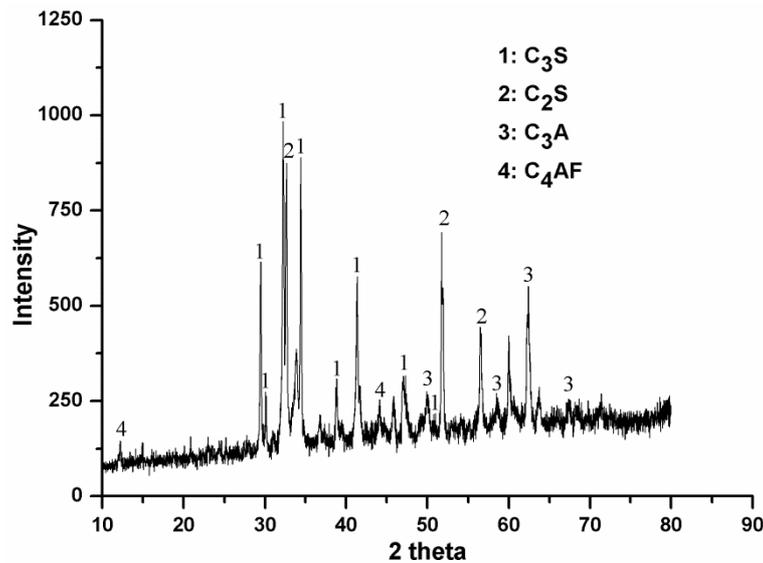


Figure IV. 5 : DRX du ciment analysé

L'analyse DRX du ciment CPA utilisé dans les formulations est illustrée sur la **Figure IV. 5** elle montre la présence des quatre phases minéralogiques du ciment à savoir : les silicates tricalciques C₃S, les silicates bis calciques C₂S, les aluminates tricalciques C₃A, et les aluminoferrite tétra calcique C₄AF.

IV.4. Analyse Infrarouge

La Spectroscopie Infrarouge est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Permet de mesurer les absorbances d'énergie des liaisons chimiques (fonctions alcool, acides, méthyles, méthylène...etc.) de tous les composants présents dans les produits analysés et de les corrélés à leurs concentrations, puisque l'intensité de l'absorption est directement proportionnelle à la concentration de la molécule considérée.

L'analyse par spectrométrie IR révèle différentes bandes de vibration de déformation et d'élongation de déchet réel.

Les résultats obtenus sont illustrés sur les figures et les tableaux suivants

a) Analyse IR du ciment utilisé

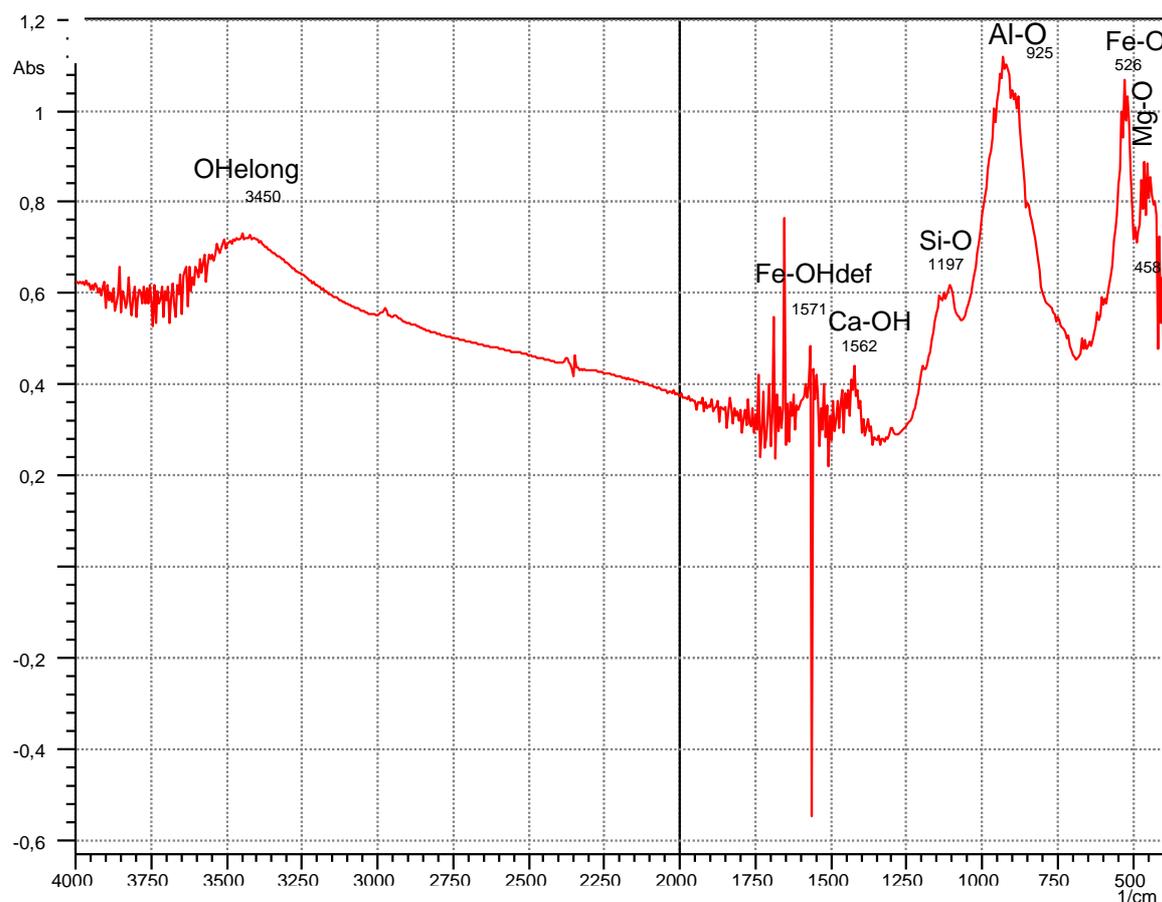


Figure IV.6: Spectre infrarouge de ciment

Tableau IV.10 : Identification des bandes observées sur les spectres IR du ciment.

Fonction	Bande d'absorption cm-1	Remarque
OH	3450	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'OH'
Fe-OH	1571	Vibration de déformation d'une bande moyenne 'OH'
Ca-OH	1562	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'OH'
Si-O	1197	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'OH'
Al-O	925	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'OH'
Fe-O	526	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'OH'
Mg-O	458	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'OH'

b) Pour le déchet industriel

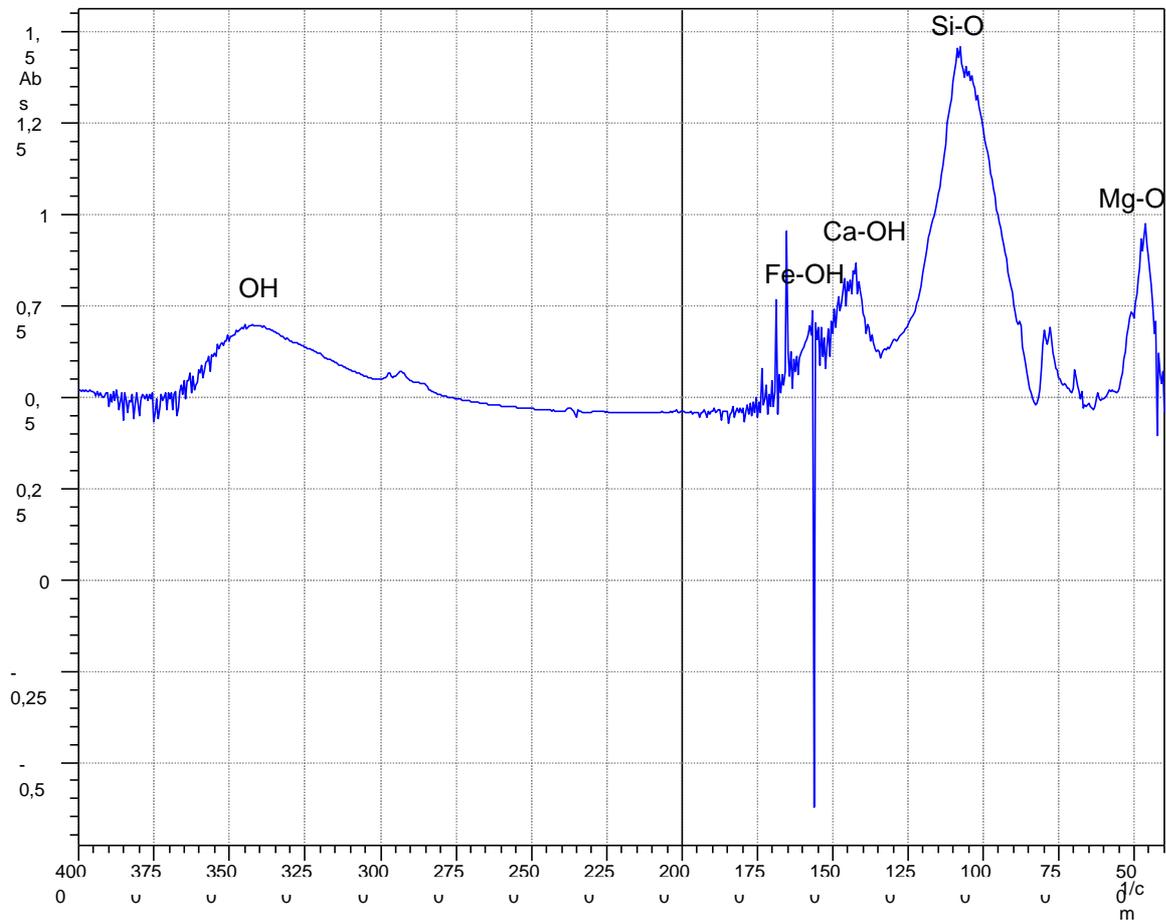


Figure. IV.7 : Spectre infrarouge de déchet industriel

Tableau IV.11. Identification des bandes observées sur les spectres IR du déchet.

Fonction	Bande d'absorption cm-1	Remarque
OH	3450	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'OH'
Fe-OH	1571	Vibration de déformation d'une bande moyenne 'Fe-OH'
Ca-OH	1562	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'Ca-OH'
Si- O	1197	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'Si-O'
Mg-O	458	Vibration d'élongation d'une bande moyenne 'Mg-O'

L'ensemble des spectres infrarouge des échantillons précédents nous permettent de conclure ce qui suit :

1) une présence d'élongation dans les bandes d'absorption (3450, 1562, 1197, 458, cm^{-1}) et déformation au niveau de bande (1571 cm^{-1}).

2) la présence de fer au niveau de bande 1571 cm^{-1} et la silice à 1197 cm^{-1} , magnésium à 458 cm^{-1} .

3) Une présence de molécule d'eau avec élongation a la bande d'absorptions (3450 cm^{-1}) ce qui signifie que le lieu de la décharge est de climat légèrement humide

4) Les oxydes de métaux et hydroxyde de métaux dans les spectres confirment la présence des substances métalliques.

- ✓ **Conclusion** : Les résultats d'analyse IR obtenus pour le ciment et déchet montrent que la composition chimique du déchet est comparable à la composition chimique du ciment. C'est pour ces raisons qu'on a cherché à orienter notre travail vers la possibilité de substituer le ciment par le déchet dans différent proportion a fin de le valoriser.

IV.5.Toxicity characteristic leaching procedure (TCLP)

IV.5.1 Résultats de mesure du pH des solutions préparées par lixiviation

Le tableau suivant montre les pH mesurées des solution obtenus par lixiviation du ciment et déchet :

Tableau IV.12. Résultats de mesure du pH des solutions après lixiviation.

Solutions	Déchet		Ciment	
	pH	pH	pH	pH
	Solution lixivante	Solution acidifiée	Solution lixivante	Solution acidifiée
1	8.44	1.99	12.70	1.90
2	8.72	1.97	12.76	2.00
3	8.64	1.97	/	/

IV.6. Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA)

Les résultantes obtenues sont résumé dans le tableau suivant

Tableau IV.13. : Analyses chimiques par SAA des solutions de lixiviation acidifiées à pH = 2.

	1 ^{er} échantillon		2 ^{eme} échantillon		La norme
	mg/mol	mg/kg	mg/mol	mg/kg	Norme NF X31-21
Fe	1.0158	20.316	0.7962	15.924	-
Zn	0.047	0.94	0.049	0.98	300mg/Kg
Pb	0.003	0.06	0.003	0.06	50mg/Kg
Cu	0.002	0.04	0.005	0.1	-
Cd	0	0	0	0	25mg/kg
Cr	0	0	0	0	5mg/kg
Ca	133.86	2677.2	135.94	2718.8	-

Les résultats d'analyse chimique par SAA des solutions de lixiviation acidifiées (pH = 2) du déchet montrent des teneurs en métaux analysés inférieures à celles données par la norme de pollution (ISO 9001), ce qui démontre que le déchet étudié ne présente pas de risques de pollution [1.2]. Pour cette raison principale que nous avons étudié la possibilité de valoriser notre déchet.

IV.7. Formulations

IV.7.1. Préparation des éprouvettes

Les formulations des matériaux S/S ont été réalisées par mélange des quantités adéquates des matières premières (ciment, sable, eau) nécessaires à la préparation du mortier dans un rapport eau/ciment (E/C=0,5) avec substitution du ciment par le déchet dans des proportions différentes. Les proportions préparées ont un rapport déchet/ciment (D/C) égale à 0%, 10%, 20%, 30%, 40% et 50%.

Dans un malaxeur de type MATEST Srl model E096 du laboratoire LTMGP on a introduit en premier lieu le ciment et déchet sous agitation moyenne. Après 1mn 30s d'agitation on ajouté le sable et laissé le tout pendant 1mn 30s d'agitation, ensuite on ajoute progressivement la quantité indiquée d'eau et on arrête le malaxage au bout de 2mn. Une fois le mortier, ou la pâte, est bien mélangé on arrête le malaxage et le contenu est versé dans des moules rectangulaires de dimensions (4*4*16) cm³. Ces derniers sont vibrés pendant 3mn et immédiatement les moules sont recouvert hermétiquement du papier cellophane afin d'éviter tout contact du mortier avec l'air.

IV.7.2. Préparation des matrices monolithiques

L'un des trois moules est consacré à la préparation des blocs monolithiques de dimensions (4*4*4 cm³). Pour se faire, on a divisé le moule en quatre parties égales par des films plastiques durs découpés sur mesure comme montré sur la figure IV.7. Ces blocs vont servir aux tests TLM.

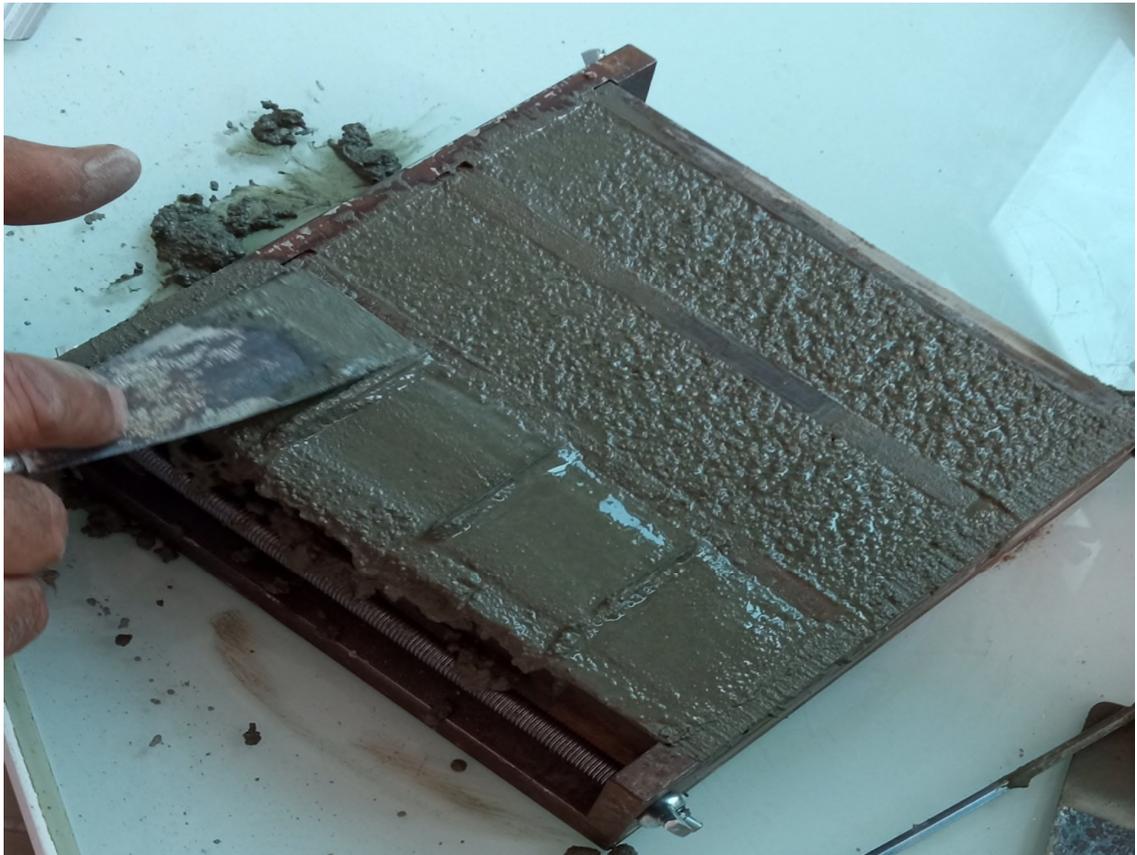


Figure IV.8: Moule montrant des matrices cimentaires de dimensions (4*4*4 cm³).

IV.7.3. Résistances mécaniques

✓ Résistances mécaniques à la flexion et à la compression au 7^{ème} jour

Après le 7 jours d'évolution des formulations on a procédé aux essais de flexion sur les éprouvettes ainsi préparées. Les moitiés d'éprouvettes issues d'essais de flexion vont subir à leur tour des essais de compression. Les résultats de résistances mécaniques à la flexion (R_f) et à la compression (R_c) obtenus sont illustrés dans le tableau ci-après.

Tableau IV.14: Essais mécaniques à la flexion et à la compression au 7^{ème} jour.

Formulations	Rf N/mm ²	Rc N/mm ²
Fm1	1.25	35.5
Fm2	2.32	15.1
Fm3	2.13	15
Fm4	2.46	13.7
Fm5	4.5	12.6
Fm6	0	0

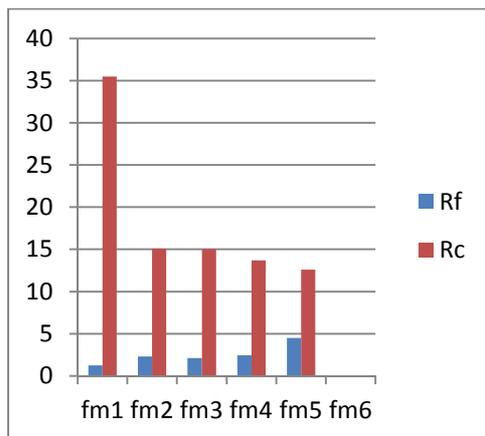


Figure IV.9 : résistance mécaniques à 7eme jour

Figure IV.10: les matrices cimentaire friable

Il ressort de ces résultats que la formulation Fm6 (avec D/C = 50 %) est friable lors du démoulage et ne présente aucune résistance.

✓ Résistances mécaniques à la flexion et à la compression au 28^{ème} jour

Après 28 jours d'évolution des formulations on a procédé aux essais de flexion sur les autres éprouvettes restantes. Les moitiés d'éprouvettes issues d'essais de flexion vont subir aussi à leur tour des essais de compression. Les résultats de résistances mécaniques à la flexion (Rf) et à la compression (Rc) obtenus sont illustrés dans le tableau ci-après.

Tableau IV.15: Résistances mécaniques à la flexion et à la compression au 28^{ème} jour.

Formulation	Rf	Rc
Fm1	11.03	41.60
Fm2	7.50	21
Fm 3	8.40	22.6
Fm4	5.49	15.25
Fm5	5.12	14.5
Fm6	0	0

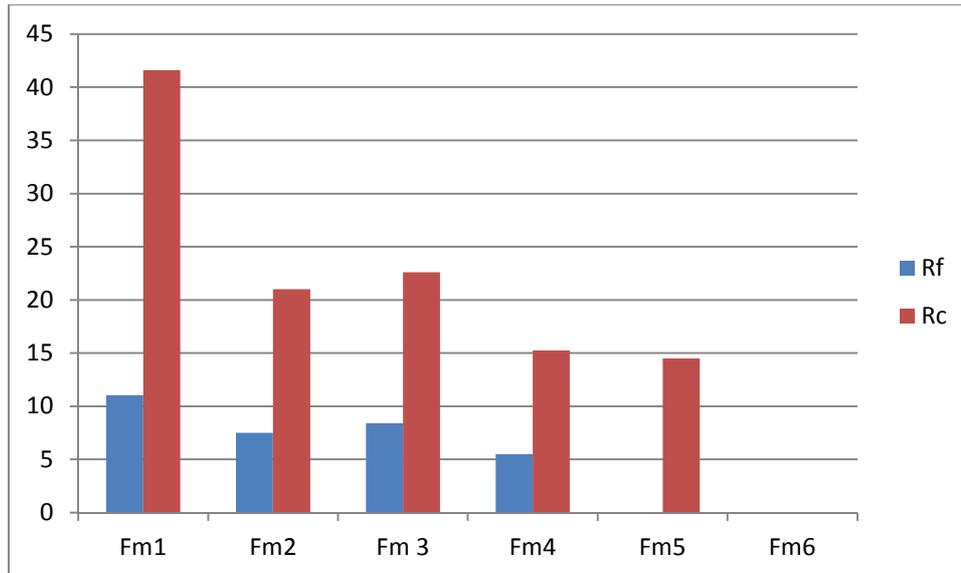


Figure IV.11: résistance mécaniques à 28eme jour

Conclusion

Les résultats ci-dessus obtenus nous montrent que les résistances à la flexion des formulations sans ajout de déchet ($C/D = 0\%$), sont plus importantes que celles qui en contiennent. L'ajout du déchet a modifié les résistances mécaniques du fait que ce dernier contient des métaux lourds qui ont certainement une influence sur les réactions d'hydratation et de formation de la matrice. Le déchet ajouté aux formulations contient des métaux lourds qui interviennent dans cette modification de la résistance.

Plusieurs études ont montré que l'ajout des métaux lourds modifie les résistances des matrices [4].

IV.8.Méthodes de caractérisation des matériaux

IV.8.1.Caractérisation physiques - humidité des matériaux utilisés

D'après la loi de % d'humidité $[(m_0-m_1)/(m_0)]*100$ les résultats obtenus de sont illustrées dans le tableau suivante

Tableau IV.16 : résultats d'humidité des matériaux

Diamètre de déchet	m₀ : Déchet humide (g)	m₁ : Déchet sec (g)	Humidité %
2 mm	5	4.94	1.2%
1 mm	5	4.95	1%
100 µm	5	4.95	1%
40 µm	5	4.91	1.8%

	M₀ : Ciment humide (g)	M₁ : ciment sec (g)	Humidité %
Ciment	5	4.85	3%

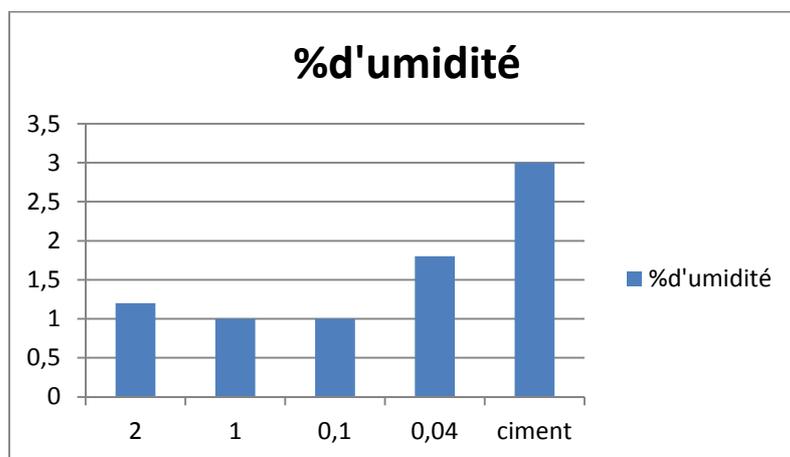


Figure IV.12 : résultats de % d'humidité des deux échantillons

Le taux d'humidité est le poids en eau contenu dans un échantillon rapporté à sa masse sèche. Sa détermination à pour but d'étudier plusieurs objectifs telle que la masse sèche des échantillons, la masse volumique et il supprime l'étape de séchage des échantillons soumis aux tests de lixiviation qui peut induire des transformations physico-chimiques (ex : volatilisation, oxydation, carbonatation, transformation de phase...).

L'humidité dépend principalement du climat, la saison et la composition des déchets.

D'un point de vue des résultats obtenus, on constate que les % d'humidité du déchet dans ses différentes dimensions sont relativement faibles.

Il est à noter que le déchet broyé à 40 μm présente une humidité double comparativement à celles des autres dimensions. Cela s'explique par la taille fine des grains et donc l'échantillon a tendance à absorber un peu plus d'humidité.

IV.8.2 : Composition chimique

La connaissance de la composition chimique élémentaire initiale de nombreux constituants est nécessaire pour la détermination d'un bilan de matière initiale. L'analyse chimique élémentaire faite sur des échantillons mis en solution par eau régale a été obtenue par différentes méthodes d'analyses.

Les résultats obtenus sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau IV.18 : résultats chimique des matières mises en solution par voie acide (eau régale)

Déchet			Ciment			La norme
Elément	Teneur ppm	Teneur (mg/kg)	Elément	Teneur ppm	Teneur (mg/kg)	Norme NF X31-21
Cd	0	0	Cd	0.004	50	25mg/kg
Co	0	0	Co	0.003	37.5	0.2mg/kg
Cu	0.001	12.5	Cu	0.036	450	-
Cr	0.01	125	Cr	0.001	12.5	5mg/kg
Fe	0.055	687.5	Fe	1.5	18750	-
Pb	0.002	25	Pb	0.01	125	50mg/Kg
Mn	0.017	212.5	Mn	0.002	25	10mg/kg
Hg	0	0	Hg	0	0	5mg/kg
Ni	0.004	50	Ni	0.036	450	50mg/kg
Mg	0.081	1012.5	Mg	0.012	150	-
Zn	0.013	162.5	Zn	0.006	75	300mg/Kg

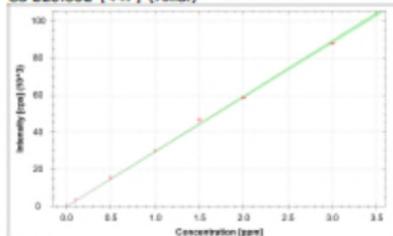
D'après les résultats obtenus de l'analyse par voie acide on remarque des valeurs relativement élevées par rapport à la norme [1, 2].

➤ Les courbes d'étalonnages

Labbook HADDAD SAID.imexp

Calibration Graphs

Cd 228.802 {447} (Axial)



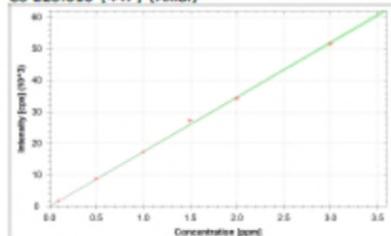
$$f(x) = 29645.3581*x + 7.3172$$

$$R^2 = 0.9986$$

$$BEC = 0.000 \text{ ppm}$$

$$LoD = 0.0003 \text{ ppm}$$

Co 228.616 {447} (Axial)



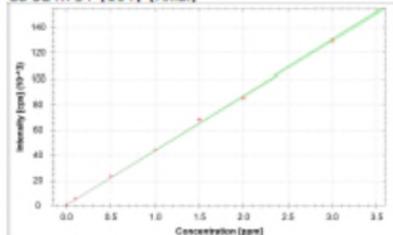
$$f(x) = 17348.9893*x - 3.3557$$

$$R^2 = 0.9992$$

$$BEC = 0.000 \text{ ppm}$$

$$LoD = 0.0003 \text{ ppm}$$

Cu 324.754 {104} (Axial)



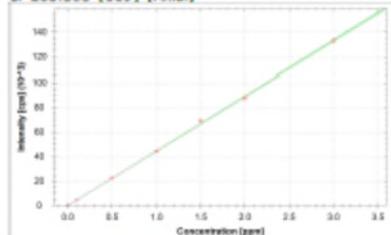
$$f(x) = 43231.8030*x + 548.2189$$

$$R^2 = 0.9989$$

$$BEC = 0.013 \text{ ppm}$$

$$LoD = 0.0013 \text{ ppm}$$

Cr 283.563 {119} (Axial)



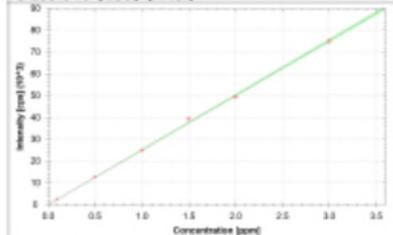
$$f(x) = 44392.9218*x + 100.4382$$

$$R^2 = 0.9993$$

$$BEC = 0.002 \text{ ppm}$$

$$LoD = 0.0004 \text{ ppm}$$

Fe 259.940 {130} (Axial)



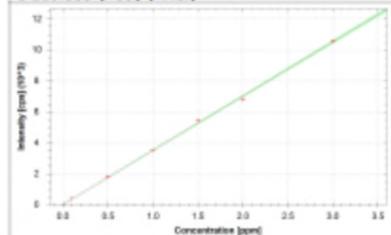
$$f(x) = 25130.0147*x - 0.5220$$

$$R^2 = 0.9990$$

$$BEC = 0.000 \text{ ppm}$$

$$LoD = 0.0015 \text{ ppm}$$

Pb 220.353 {453} (Axial)



$$f(x) = 3501.5607*x + 15.2228$$

$$R^2 = 0.9990$$

$$BEC = 0.004 \text{ ppm}$$

$$LoD = 0.0008 \text{ ppm}$$

IV.9. Conclusion

Les résultats d'analyses chimiques montrent que les teneurs en métaux lourds du déchet et du ciment sont inférieures aux normes et le déchet étudié est donc considéré comme étant non dangereux. Toutefois, l'analyse du ciment a montré certaines teneurs d'éléments métalliques dépassant la norme. En lisant ces valeurs sur les courbes d'étalonnage on remarque que ces teneurs se trouvent à la limite inférieure de la zone de sensibilité de l'appareil. Donc, la solution analysée s'avère trop diluée et cela nécessite de revoir ces analyses.

Conclusion générale

Notre travail nous a permis d'améliorer nos connaissances sur la faisabilité de la Stabilisation/Solidification des déchets contenant des métaux lourds par liants hydrauliques pour qu'ils soient piégés et rendus non dangereux sur l'environnement. Plusieurs tests et techniques d'analyse (TCLP, DRX, IR,...etc.) ont été réalisés sur nos déchets pour évaluer cette technique de traitement. A travers cette étude plusieurs conclusions ont été tirées ; on cite essentiellement :

Δ Les résultats de caractérisation de ces déchets montre que ces derniers n'ont pas un caractère polluant. Ces concentrations sont au-dessous de la norme d'où sa stabilisation/solidification n'est pas nécessaire. De plus, la série des analyses DRX, IR, SAA,... montre la présence de métaux lourds particulièrement sous forme d'oxydes dans le déchet étudié ; ce qui montre que ce déchet a une composition proche de celle du ciment, d'où l'idée de voir la possibilité de l'utiliser comme substituant du ciment.

Δ Les résultats des caractérisation physiques ; humidité des matériaux montre des pourcentages faibles. Néanmoins, l'analyse IR a montré la présence d'hydroxyde relatif à l'humidité prise lors du stockage.

Δ Les résultats de résistances mécaniques (à la compression et à la flexion) sont élevés. La substitution du ciment par 20 % du déchet semble donner des comportements mécaniques intéressants.

Le déchet industriel, préalablement grillé, s'avère non toxique et il peut aussi être utilisé dans les mortiers jusqu'à 20 % de substitution du ciment. C'est ce qui nous amènera à réduire les déchets rejetés dans l'environnement et de réduire par la même occasion les émissions de gaz dans l'atmosphère.

REFERENCE BIBLIOGRAPHYQUES

CHAPITRE I :

- [1] O. OUESLATI, « durabilité des matériaux cimentaire soumis aux acides organiques résistances chimique, mécanique et de corrosions » Thèse PhD université Laval Québec, (2011).
- [2] :M. LOUSTAU CAZALET« Caractérisation physico-chimique d'un sédiment marin traité aux liants hydrauliques Évaluation de la mobilité potentielle des polluants inorganiques » Thèse :Doctorat : L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (2012)
- [3] :<http://fr.m.ciment.wikipédia.org>
- [4] DJ ALIOUANE , « la durabilité des fibres de verre dans une matrice de ciment » mémoire de magister université de MBB, Algérie (2012).
- [5] FNADE : Muriel Morcet (mmocet @ cgea.Fr). Éco- profil du stockage des déchets dangereux en sites collectifs en France.
- [6] Gwenaëlle Brons-Laot thèse en sciences et technique de l'ingénieur, institut national des sciences appliquées de Lyon 2002
- [7]Journal officiel de la république algérienne n°27 :4 rabie el aoul 1426 13 avril 2005.
- [8] : copyright © 1998-2008, Lenntech : traitement de l'eau et de l'air. info@lenntech.com
- [9]Catherine Fantozzi-Merk, Thèse en sciences et Technique du déchet, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2003.
- [10] : Dahir n ° 1-06-153 du 30 chaoual 1427 portant promu légation de la loi n ° 28-00 relative à la gestion des déchets et à leur élimination. (B.O. n ° 5480 du 7 décembre 2006).
- [11] : Ahmed ADDOU traitement des déchets valorisation, élimination. Ouvrage édition
- [12] : Arrêtés du18février 1994.Journal officiel de la République Française, 26 avril 1994, NOR : ENVP9430072A et 3A, p.6117-24
- [13] : CHAABANE L « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets Ultimes stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques » Thèse Magister 17/05/2014

[14] : CHAABANE L « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets Ultimes stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques » Thèse Magister 17/05/2014

[15]: Immobilisation of heavy metal in cement-based solidification/stabilisation A review Q.Y. Chen a,*,M. Tyrer b, C.D. Hills c, X.M. Yang a, P. Carey Centre for Contaminated Land Remediation, Medway School of Science, University of Greenwich, Chatham Maritime, Kent ME4 4TB, UK Accepted 18 January 2008 Available online 25 March 2008(p391).

[16]: Ciments, Bétons, Plâtres, Chaux, n°734, 1982. pp. 41-48. Guillon, E, (2004) Durabilité des matériaux cimentaires.

[17] : Centre d'Information sur le Ciment et ses Application. Fiches Techniques. Le Ciment et ses Applications. Collection Technique Ciment béton, Paris, 1997, p1 ,11et 14.

[18]: Bhatti, M.S.T, (1987) Fixation of metallic ions in Portland cement, Proceedings of the national conference on hazardous waste and hazardous materials, pp.140- 145.Washington DC, Etats-unis.

[19]: Murat, M. Sadok, E.H; 1990 Role of foreign Cations in solution on the hydratation Kinetics of hight alumina cement. In: R. Mangabhai(Ed), Cemant aluminate (Ed. By R. Mangabhai), pp155-166. E F.N. Spon, London.

[20]: Conner, J.R; 1990 Chemical fixation and solidification of hazardous wastes. Van Nostrand Reinhold, New York. 692p.

[21]: Cocke, D.L; 1990 the binding chemistrty and leaching mechanism of hazardons substances in cementious solidification/stabilization systems. Journal of hazardous materials, p 24,231-253.

[22]: A.KACI, H. AMOKRANE ; Caractérisation physico-chimique des déchets industriels stabilisés/solidifiés par des liants hydraulique, mémoire de l'université Bejaia 2011/2012 pp13-25

CHAPITRE II :

[1] : Arrêtés du18février 1994.Journal officiel de la République Française, 26 avril 1994, NOR : ENVP9430072A et 3A, p.6117-24

[2] : CHAABANE L « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets Ultimes stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques » Thèse Magister 17/05/2014

[3] : CHAABANE L « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets Ultimes stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques » Thèse Magister 17/05/2014

[4]: Immobilisation of heavy metal in cement-based solidification/stabilisation A review Q.Y. Chen a,*, M. Tyrer b, C.D. Hills c, X.M. Yang a, P. Carey Centre for Contaminated Land Remediation, Medway School of Science, University of Greenwich, Chatham Maritime, Kent ME4 4TB, UK Accepted 18 January 2008 Available online 25 March 2008(p391).

[5]: Ciments, Bétons, Plâtres, Chaux, n°734, 1982. pp. 41-48. Guillon, E, (2004) Durabilité des matériaux cimentaires.

[6] : Centre d'Information sur le Ciment et ses Applications. Fiches Techniques. Le Ciment et ses Applications. Collection Technique Ciment béton, Paris, 1997, p1 ,11et 14.

[7]: Bhatti, M.S.T, (1987) Fixation of metallic ions in Portland cement, Proceedings of the national conference on hazardous waste and hazardous materials, pp.140- 145.Washington DC, Etats-unis.

[8]: Murat, M. Sadok, E.H; 1990 Role of foreign Cations in solution on the hydration Kinetics of high alumina cement. In: R. Mangabhai(Ed), Cement aluminate (Ed. By R. Mangabhai), pp155-166. E F.N. Spon, London.

[9]: Conner, J.R; 1990 Chemical fixation and solidification of hazardous wastes. Van Nostrand Reinhold, New York. 692p.

[10]: Cocke, D.L; 1990 the binding chemistry and leaching mechanism of hazardous substances in cementitious solidification/stabilization systems. Journal of hazardous materials, p 24,231-253.

[11]: A.KACI, H. AMOKRANE ; Caractérisation physico-chimique des déchets industriels stabilisés/solidifiés par des liants hydraulique, mémoire de l'université Bejaia 2011/2012 pp13-25

CHAPITRE III

[1]Thèse doctorat Melle D.BELLACHE

[2]Thèse doctorat Melle BELABCHOUCHE

CHAPITRE IV

[1]Thèse doctorat Melle D.BELLACHE

[2]Thèse doctorat Melle BELABCHOUCHE

[3]Mr S.HADDAD et M^r K.MOUSSACEB

[4]Thèse doctorat M^r SAHNOUNE

Résumé

Dans une vision intégrée de développement durable, la problématique des déchets ne peut pas être traitée comme un objet isolé, ni même se limiter aux seuls aspects de valorisation et d'élimination. Par contre, elle anticipe le déchet dès le stade projet, inclut les stratégies de réduction à la source, de valorisation et d'élimination et vise à la maîtrise des flux tout au long du procédé aboutissant au déchet.

Pour entamer notre travail, nous avons étudié la caractérisation des propriétés physico-chimiques du déchet ultime et la proposition des solutions à cette problématique, parmi lesquelles envisagées un traitement par Stabilisation/Solidification à l'aide de liants hydrauliques.

Cette technique de traitement est employée pour diminuer la surface à travers laquelle se font les transferts ou les pertes de polluants et de limiter la solubilité et/ou la mobilité des constituants. Cette étude est faite à l'aide des différents tests de lixiviation tels que TLM, FMM, TCLP ...et différents techniques d'analyse (TCLP, DRX, IR,...etc.) pour évaluer ce traitement.

Les résultats de caractérisation de ces déchets montrent que ces derniers n'ont pas un caractère polluant, d'où le procédé de stabilisation/solidification de ce déchet n'est pas nécessaire. De plus, les analyses minéralogiques ont montré que ce déchet a une composition proche de celle du ciment, d'où l'idée d'orienter le travail vers l'étude de valorisation de ce déchet en le substituant au ciment dans la confection des mortiers. En ce sens, les essais mécaniques réalisés sur des éprouvettes au ciment substitué ont donné des résultats encourageant.

Abstract

In an integrated vision of sustainable development, the issue of waste cannot be treated as an isolated object, nor even be limited to only aspects of recovery and disposal. On the other hand, it anticipates waste from the project stage, includes strategies for reduction at source, recovery and elimination and aims to control flows throughout the process leading to waste.

To start our work, we studied the characterization of the physico-chemical properties of the ultimate waste and the proposal of solutions to this problem, among which a treatment by Stabilization / Solidification using hydraulic binders is envisaged.

This treatment technique is used to reduce the surface through which the transfers or losses of pollutants take place and to limit the solubility and / or the mobility of the constituents. This study is carried out using different leaching tests such as TLM, FMM, TCLP ... and different analysis techniques (TCLP, DRX, IR ... etc.) to evaluate this treatment.

The characterization results of this waste show that the latter does not have a polluting character, hence the process of stabilization / solidification of this waste is not necessary. In addition, mineralogical analyzes have shown that this waste has a composition close to that of cement, hence the idea of orienting work towards the study of valuation of this waste by substituting it for cement in the preparation of mortars. . In this sense, the mechanical tests carried out on specimens with substituted cement have given encouraging results.